

Evaluación de nanocelulosa funcionalizada con surfactantes para la reducción de la tensión interfacial en un crudo pesado de un campo colombiano.

Tania Karina Triana Buitrago y Jose Andrés Díaz Torres

Trabajo de Grado para Optar el Título de Ingeniero de Petróleos

Director

Jimena Lizeth Gómez Delgado

Doctor en Química

Codirector

Enrique Mejía Ospino

Doctor en Ciencias Químicas

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas

Escuela de Ingeniería de Petróleos

Ingeniería de Petróleos

Bucaramanga

2026

Dedicatoria Jose Diaz

Durante estos años me veía redactando estas líneas y hoy al encontrarme al final de esta etapa tan maravillosa en mi vida me siento muy agradecido con cada momento en cada escenario dentro y fuera de la universidad.

Dedico este logro en primer lugar a Dios, por permitirme levantarme y soñar cada día con este momento, gracias por permitirme rodearme de gente a la que aprecio y que me aportaron su granito de arena en mi formación.

Este logro va dedicado especialmente a mi familia, porque me han inspirado a salir adelante, porque me han brindado todo el amor y el cariño que se le puede dar a un ser querido y que ha sido el combustible diario para superar los obstáculos. A mi madre, Doris Lucia, le agradezco eternamente por cada madrugada, por cada alimento, por cada acompañada a la parada del bus, las palabras no son suficientes para agradecerle por todo el apoyo durante estos años de estudio. A mi padre, Jose Luis, gracias por ser el padre que orienta, que con el ejemplo inspira a salir adelante todos los días, sin importar las adversidades. A mis hermanos, Jesús David y María Lucia, que son un tesoro que agradezco por tener presentes y ser la razón por la cual mis padres luchan todos los días.

También le dedico este logro al amor de mi vida, Paula Andrea, la mujer que fue cómplice de mis llantos, de mis preocupaciones, de mis tristezas, pero también es la mujer artífice de los días más felices de mi vida, porque desde el primer momento estuviste ahí para ayudarme, para superar mis miedos, especialmente a las exposiciones, y no dudaste en brindarme la comprensión, el amor que hizo que cada logro tuviera una razón.

A mis amigos y futuros colegas, Mauricio, Tania, Ivonne, gracias por todos los momentos compartidos, por las anécdotas que cada aventura nos dejó y por cada risa y cada carcajada en

distintas ciudades del país. A ustedes les debo gran parte de la personalidad que fui forjando y es por eso que siempre van a tener en mí una persona para toda la vida.

A mis compañeros de Ingeniería de Petróleos, que durante los semestres fui conociendo y compartiendo cada día más, gracias por las enseñanzas, por el aprendizaje convivido, por cada trabajo realizado y cada ayuda ofrecida.

A la Universidad industrial de Santander, por permitirme la mayor oportunidad de mi vida, por ser el escenario el cual me permitió evolucionar como ser humano, como ciudadano y como estudiante, gracias por que, en tus aulas, en tus canchas, en tus laboratorios aprendí y disfruté cada instante. A Frontera Energy y el equipo de Soporte técnico, gracias por permitirme vivir una de las etapas más enriquecedoras y felices de mi etapa profesional, gracias por apoyarme e instruirme en conocimientos técnicos, éticos y humanos.

Dedicatoria Tania Triana

Dedico este logro, ante todo, a mis padres, por darme la oportunidad de cumplir el sueño de convertirme en profesional. Gracias por cada sacrificio, por cada palabra de apoyo y por creer en mí incluso en los momentos de mayor incertidumbre. Todo lo que he alcanzado ha sido posible gracias al amor, los valores y el esfuerzo que me han brindado a lo largo de mi vida.

A mis hermanos, porque han sido mis primeros compañeros de vida y, sin saberlo, también mis mayores motivadores. La competencia sana que siempre hemos compartido me impulsó a exigirme más, a no conformarme y a buscar constantemente mi mejor versión. Gran parte de quien soy hoy se ha construido junto a ustedes.

A todas las personas que encontré en este camino, dentro y fuera de la universidad. A los amigos que llegaron para quedarse, a los compañeros que hicieron más llevaderos los días difíciles y a quienes me brindaron su apoyo, confianza y cariño en momentos clave de esta etapa. Cada uno dejó una huella que llevo conmigo.

A mis compañeros de Ingeniería de Petróleos, porque juntos enfrentamos desafíos que parecían imposibles, compartimos largas jornadas de estudio, preocupaciones, alegrías y aprendizajes. Gracias por cada ayuda ofrecida y por demostrar que nadie llega lejos solo.

A mi equipo y amigas de futsal femenino UIS, por convertirse en una segunda familia durante estos años. Gracias por abrirme las puertas desde el primer día y regalarme algunas de las experiencias más felices, emocionantes e inolvidables de mi vida universitaria.

A la Universidad Industrial de Santander, por ser el escenario donde crecí personal y profesionalmente, y por brindarme oportunidades que transformaron mi vida. A Baker Hughes y la Universidad de Oklahoma, por permitirme dar mis primeros pasos en la industria y confirmarme que elegí la profesión correcta, una carrera que hoy amo y disfruto profundamente.

Agradecimientos

Expresamos nuestro más sincero agradecimiento a nuestra directora de tesis, la profesora Jimena Lizeth Gómez Delgado, por su acompañamiento, dedicación y apoyo durante el desarrollo de este trabajo. Gracias por compartir sus conocimientos con tanta pasión y compromiso, inspirándonos a abordar esta investigación con el mismo entusiasmo y dedicación.

Agradecemos al Grupo de Investigación en Tomografía Computarizada (GIT) por abrirnos las puertas de su laboratorio y brindarnos el apoyo necesario para el desarrollo de esta investigación. Extendemos nuestro reconocimiento a todos sus integrantes por su disposición para orientarnos y resolver nuestras inquietudes, siempre con amabilidad y disposición para colaborar.

De manera especial, agradecemos a la ingeniera María Elvira por su valiosa ayuda durante la etapa experimental de este proyecto. Su orientación en el manejo de equipos de alta complejidad, así como su apoyo constante para resolver dudas y superar los desafíos que surgieron durante la investigación, fueron fundamentales para la culminación de este trabajo.

Asimismo, agradecemos a la Universidad Industrial de Santander y a la Escuela de Ingeniería de Petróleos por brindarnos una formación académica de excelencia y las herramientas necesarias para nuestro crecimiento profesional. A nuestros profesores, gracias por compartir sus conocimientos y contribuir a nuestra formación como ingenieros.

Finalmente, agradecemos a todas las personas que, de una u otra manera, hicieron parte de este proceso y contribuyeron al desarrollo de esta investigación.

Tabla de Contenido

Introducción	17
1. Objetivos	21
1.1 Objetivo General	21
1.2 Objetivos Específicos.....	21
2. Marco teórico	22
2.1 Nanocelulosa	22
2.1.1 Nanocristales de celulosa (CNC)	22
2.1.2 Nanofibras de celulosa (CNF)	23
2.2 Surfactantes	24
2.2.1 Dodecil Sulfato de Sodio (SDS)	25
2.2.2 Bromuro de Cetiltrimetilamonio (CTAB)	26
2.3 Nanocelulosa en aplicaciones de recobro mejorado de petróleo	27
2.3.1 Potencial de la nanocelulosa como agente de control de movilidad.....	27
2.3.2 Funcionalización de nanocelulosa con surfactantes	28
2.3.3 Sistemas híbridos nanocelulosa–surfactante para EOR	29
2.4 Concentración Micelar Crítica (CMC)	30
2.5 Tensión Interfacial (IFT).....	32
2.5.1 Factores que afectan la Tensión Interfacial	33
2.6 Medición de la Tensión Interfacial	33

2.6.1 Gota Colgante	33
2.6.2 Gota Giratoria	34
2.7 Caracterización de materiales	35
2.7.1 Conductividad Eléctrica.....	35
2.7.2 Índice de Refracción (IR).....	36
2.7.3 Dispersión de Luz Dinámica (DLS)	38
2.7.4 Potencial Z (ζ).....	39
2.7.4 Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)	40
3. Metodología Experimental.....	42
3.1 Diseño experimental	45
3.1.1 Etapa I: Planeación y preparación experimental.....	46
3.1.2 Etapa II: Preparación y evaluación individual de los componentes	47
3.1.3 Etapa III. Determinación de las concentraciones óptimas y de la concentración micelar crítica (CMC)	48
3.1.4 Etapa IV. Evaluación de sistemas funcionalizados.....	49
3.2 Preparación de soluciones: Nanocelulosa, SDS y CTAB.....	50
3.2.1 Preparación soluciones madre.....	51
3.2.2 Procedimiento de Dilución de las Soluciones Madre	53
3.3 Evaluación de la Tensión Interfacial en Nanocelulosa y Surfactantes base.	57
3.3.1 Calibración y montaje experimental equipo Gota colgante.	57

3.3.2 Calibración y montaje experimental equipo Gota Giratoria.....	61
3.4 Selección de concentraciones óptimas.....	63
3.5 Determinación concentración micelar crítica	64
3.6 Funcionalización de nanocelulosa-surfactante y evaluar la reducción interfacial.....	65
3.6.1 Selección de concentraciones para funcionalización.....	65
3.6.2 Preparación de los sistemas nanocelulosa-SDS y nanocelulosa-CTAB.....	66
3.6.3 Evaluación de la tensión interfacial de los sistemas funcionalizados.....	68
3.7 Caracterización de materiales	70
3.7.1 Potencial Z	70
3.7.2 Dispersión DLS.....	72
3.7.3 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)	73
4. Análisis de resultados	75
4.1 Evaluación comparativa del comportamiento interfacial y determinación de concentraciones óptimas en sistemas puros (Agua Destilada, Nanocelulosa, SDS Y CTAB)	75
4.1.1 Comportamiento de la tensión interfacial del sistema en presencia de Nanocelulosa (CNC).....	76
4.1.2 Comportamiento de la tensión interfacial del sistema en presencia de Dodecil Sulfato de Sodio (SDS).	78
4.1.3 Comportamiento de la tensión interfacial del sistema en presencia de Bromuro de Cetiltrimetilamonio (CTAB).....	81

4.1.4 Comparación del desempeño en la reducción de la tensión interfacial de los sistemas SDS, CTAB y Nanocelulosa.....	83
4.1.5 Determinación y justificación de concentraciones óptimas para la funcionalización en función de la reducción de la tensión interfacial.....	87
4.2 Determinación de la concentración micelar crítica de los surfactantes.....	89
4.2.1 Evaluación de la concentración micelar crítica del SDS	90
4.2.2 Evaluación de la concentración micelar crítica del CTAB.....	92
4.3 Análisis comparativo de la reducción de la tensión interfacial en sistemas funcionalizados Nanocelulosa + Surfactante	94
4.3.1 Sistema Nanocelulosa + SDS	94
4.3.2 Sistema Nanocelulosa + CTAB	96
4.4 Análisis de estabilidad térmica de la nanocelulosa y sistemas funcionalizados a partir de evidencia reportada en la literatura.	100
4.4.1 Estabilidad térmica de la nanocelulosa	101
4.4.2 Estabilidad térmica de SDS y CTAB.....	102
4.4.3 Estabilidad térmica de la funcionalización	103
4.5 Caracterización de materiales	105
4.5.1 Potencial Z	105
4.5.2 Dispersión DLS.....	107
4.5.3 Análisis FTIR de la CNC	109

4.5.4 Análisis FTIR del sistema CNC-CTAB.....	112
4.5.5 Análisis FTIR del sistema CNC-SDS	115
4.6 Comportamiento reológico	118
5. Conclusiones	122
Referencias Bibliográficas	128
Apéndices.....	133

Lista de Tablas

Tabla 1.	Tensión Interfacial de la Nanocelulosa en distintas concentraciones	77
Tabla 2.	Tensión Interfacial del SDS en distintas concentraciones.	79
Tabla 3.	Tensión Interfacial del CTAB en distintas concentraciones.....	82
Tabla 4.	Concentración óptima para reducción de la tensión interfacial.	88
Tabla 5.	Bandas FTIR características reportadas para CTAB	112
Tabla 6.	Bandas FTIR características reportadas para SDS.....	117

Lista de Figuras

Figura 1. Estructura típica de una molécula de agente tensioactivo.	24
Figura 2. Representación de la clasificación de surfactantes.....	25
Figura 3. Representación esquemática del surfactante SDS.....	26
Figura 4. Representación de una molécula de CTAB.....	27
Figura 5. Micela.....	31
Figura 6. Perfil de una gota colgante	33
Figura 7. Deformación de la gota con el principio de la gota giratoria	35
Figura 8. Representación esquemática del procedimiento experimental.....	44
Figura 9. Representación visual de la preparación de solución madre.....	52
Figura 10. Representación visual de un picnómetro y sus partes.....	55
Figura 11. Tensiómetro por gota colgante	58
Figura 12. Gota colgante en celda de medición para tensión interfacial	60
Figura 13. Equipo de gota giratoria para medición de tensión interfacial.....	63
Figura 14. Muestra seca para equipo FTIR.....	74
Figura 15. Variación de la tensión interfacial con la concentración.....	84
Figura 16. Representación gráfica de la IFT del SDS vs concentración	90
Figura 17. Representación gráfica de la IFT del CTAB vs concentración	93
Figura 18. Variación de la tensión interfacial de Nanocelulosa + SDS con el tiempo..	95
Figura 19. Variación de la tensión interfacial de Nanocelulosa + CTAB con el tiempo	96
Figura 20. Variación de la tensión interfacial de Nanocelulosa + CTAB con la temperatura	98

Figura 21. Grafica potencial Z de sistema Nanocelulosa+SDS arrojado por equipo de medición.....	106
Figura 22. Grafica potencial Z de sistema Nanocelulosa+CTAB arrojado por equipo de medición.....	107
Figura 23. Grafica distribución de partículas de sistema Nanocelulosa+SDS arrojado por equipo de medición.	108
Figura 24. Grafica distribución de partículas de sistema Nanocelulosa+CTAB arrojado por equipo de medición.....	109
Figura 25. Espectro FTIR del sistema CNC.	111
Figura 26. Espectro FTIR del sistema CNC–CTAB.....	114
Figura 27. Comportamiento reológico del sistema CNC–CTAB. Barrido de baja a alta velocidad de corte (L-H).	119
Figura 28. Comportamiento reológico del sistema CNC–CTAB. Barrido de alta a baja velocidad de corte (H-L)	120

Lista de Apéndices

Apéndice A. Muestra instalada y operando en el equipo de gota giratoria.....	133
Apéndice B. Muestra instalada y operando en el equipo de gota colgante.	133
Apéndice C. Medición de la muestra mediante sistema de gota colgante.	134
Apéndice D. Solución en ultrasonido.....	134
Apéndice E. Cristales de nanocelulosa (CNC).	135
Apéndice F. Bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB).....	135
Apéndice G. Solución madre de CNC a 3000 ppm preparada.....	136
Apéndice H. Solución madre de CTAB a 3000 ppm preparada.	136
Apéndice I. Solución madre de SDS a 3000 ppm preparada.	137
Apéndice J. Dispersiones de nanocelulosa cristalina (CNC) preparadas a diferentes concentraciones para medir tensión interfacial.	137
Apéndice K. Cálculo de densidad para la Nanocelulosa.	138
Apéndice L. Cálculo de densidad para el surfactante SDS.....	138
Apéndice M. Cálculo de densidad para el surfactante CTAB.	139
Apéndice N. Número de concentraciones evaluadas para cada sistema experimental. .	139
Apéndice O. Factores y niveles de concentración evaluados durante el diseño experimental.....	140
Apéndice P. Selección de concentraciones óptimas de los sistemas evaluados.	140
Apéndice Q. Composición de los sistemas funcionalizados evaluados (CNC-SDS y CNC-CTAB).....	140
Apéndice R. Distribución de las etapas y tratamientos del diseño experimental.	141
Apéndice S. Técnicas de caracterización aplicadas a cada ensayo.	141

Resumen

Título: Evaluación de nanocelulosa funcionalizada con surfactantes para la reducción de la tensión interfacial en un crudo pesado de un campo colombiano*

Autor: Tania Karina Triana Buitrago, Jose Andrés Díaz Torres**

Palabras Clave: Nanocelulosa; surfactantes; nanotecnología; recobro mejorado (RM); tensión interfacial (TI); crudo pesado.

Los crudos pesados presentan desafíos para los procesos de producción y recobro debido a su alta viscosidad y propiedades interfaciales desfavorables, que limitan la movilidad de los fluidos y la eficiencia de extracción. En este estudio, se evaluó el potencial de nanocristales de celulosa (CNC) funcionalizados con surfactantes para reducir la tensión interfacial (IFT) entre un crudo pesado de un campo colombiano y la fase acuosa.

Inicialmente, se evaluó el comportamiento interfacial de la CNC, el dodecil sulfato de sodio (SDS) y el bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB) individualmente, mediante mediciones de tensión interfacial a diferentes concentraciones. Posteriormente, se determinó la concentración micelar crítica (CMC) de ambos surfactantes para establecer los rangos de concentración empleados en la formulación de los sistemas CNC–surfactante. Con base en estos resultados, se prepararon sistemas híbridos CNC–SDS y CNC–CTAB bajo condiciones controladas y se caracterizaron para evaluar la interacción entre sus componentes. Los surfactantes contribuyen a la reducción de la tensión interfacial y favorecen la movilización del crudo mediante la modificación de las propiedades de la interfaz aceite–agua. Por su parte, la nanocelulosa, debido a su naturaleza polimérica, puede contribuir al control de movilidad mediante un efecto viscosificante, favoreciendo el desplazamiento del fluido durante procesos de recobro mejorado de petróleo (EOR).

Finalmente, los sistemas funcionalizados se compararon con sus componentes individuales en términos de reducción de IFT. Los resultados permitieron identificar rangos de concentración con mayor actividad interfacial y evaluar el efecto de la funcionalización sobre el comportamiento de la nanocelulosa. En conjunto, los sistemas CNC–surfactante mostraron potencial para aplicaciones de EOR en crudos pesados, como alternativa para mejorar la eficiencia de desplazamiento.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingeniería Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería de Petróleos. Director: Jimena Liseth Gómez Delgado. PhD en Química. Codirector: Enrique Mejía Ospino PhD en Ciencias Químicas.

Abstract

Title: Evaluation of surfactant-functionalized nanocellulose for interfacial tension reduction in a heavy crude oil from a Colombian field.*

Author: Tania Karina Triana Buitrago, Jose Andres Diaz Torres**

Key Words: Nanocellulose; surfactants; nanotechnology; enhanced oil recovery (EOR); interfacial tension (IFT); heavy crude oil.

Heavy crude oils present challenges for production and recovery processes due to their high viscosity and unfavorable interfacial properties, which limit fluid mobility and extraction efficiency. In this study, the potential of surfactant-functionalized cellulose nanocrystals (CNC) to reduce the interfacial tension (IFT) between heavy crude oil from a Colombian field and the aqueous phase was evaluated.

Initially, the interfacial behavior of CNC, sodium dodecyl sulfate (SDS), and cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) was evaluated individually through interfacial tension measurements at different concentrations. Subsequently, the critical micelle concentration (CMC) of both surfactants was determined to establish the concentration ranges used for the formulation of CNC–surfactant systems. Based on these results, CNC–SDS and CNC–CTAB hybrid systems were prepared under controlled conditions and characterized to evaluate the interaction between their components. The surfactants contributed to reducing interfacial tension and promoting crude oil mobilization by modifying the interfacial properties of the oil–water system. In turn, nanocellulose, due to its polymeric nature, can contribute to mobility control through a viscosifying effect, potentially favoring fluid displacement during enhanced oil recovery (EOR) processes.

Finally, the functionalized systems were compared with their individual components in terms of IFT reduction. The results allowed the identification of concentration ranges with greater interfacial activity and the evaluation of the effect of surfactant functionalization on the behavior of nanocellulose. Overall, the CNC–surfactant systems showed potential for EOR applications in heavy crude oils as an alternative for improving displacement efficiency.

* Degree Work

** Faculty of Physicochemical Engineering. School of Petroleum Engineering. Advisor: Jimena Liseth Gomez Delgado PhD in Chemistry. Co-advisor: Enrique Mejia Ospino, PhD in Chemical Sciences.

Introducción

En Colombia, los yacimientos de crudos pesados representan uno de los recursos energéticos más importantes para garantizar la sostenibilidad futura de la industria petrolera. De acuerdo con el Informe de Recursos y Reservas de la Agencia Nacional de Hidrocarburos (ANH, 2023), los crudos pesados (10–22,3 °API) concentran aproximadamente 42.363 millones de barriles de petróleo original en sitio (POES), representando cerca del 57.16 % del petróleo original en sitio descubierto en el país, localizándose principalmente en las cuencas de los Llanos Orientales y del Valle Medio del Magdalena. Sin embargo, a pesar de su abundancia y debido a las propiedades fisicoquímicas del fluido y a las condiciones particulares del yacimiento, el crudo pesado presenta factores de recobro significativamente bajos, con un promedio cercano al 10,6 %, inferior al observado en crudos medianos y livianos, cuyos factores de recobro oscilan entre el 18% y el 29%. Esta situación evidencia la necesidad de implementar tecnologías que permitan incrementar la eficiencia de extracción y convertir una mayor fracción de estos recursos en reservas comercialmente recuperables, ya que constituyen una importante oportunidad para garantizar la sostenibilidad de la producción nacional de hidrocarburos. Por lo tanto, incrementar el factor de recobro de estos crudos permitiría aumentar las reservas probadas y generar un impacto significativo en la producción petrolera del país.

La producción de hidrocarburos comprende tres etapas principales de recuperación: recobro primario, que aprovecha la energía natural del yacimiento; recobro secundario, basado principalmente en la inyección de agua o gas para mantener la presión del sistema; y recobro terciario o recuperación mejorada de petróleo (Enhanced Oil Recovery, EOR), que emplea técnicas avanzadas como la inyección de vapor, dióxido de carbono (CO₂), polímeros, surfactantes y espumas. (Ospina Gómez, 2015). Estas tecnologías buscan movilizar el petróleo remanente

atrapado en los poros de la roca y aumentar significativamente el factor de recobro, especialmente en yacimientos de crudos pesados donde la alta viscosidad y tensión interfacial limita la producción por métodos convencionales.

Entre las diversas técnicas de recuperación mejorada de petróleo (Enhanced Oil Recovery, EOR), la inyección de surfactantes ha cobrado especial relevancia debido a su capacidad para reducir la tensión interfacial entre el petróleo y los fluidos de inyección, así como para modificar las propiedades de interacción en los sistemas fluido-fluido y fluido-roca. Estas características favorecen la movilización del petróleo residual atrapado en los poros del medio poroso, incrementando la eficiencia del desplazamiento y, por consiguiente, el factor de recobro del yacimiento. Debido a estos beneficios, los surfactantes se han consolidado como una de las alternativas más prometedoras dentro de los procesos de recuperación mejorada de crudo, especialmente en yacimientos de crudos pesados donde las elevadas viscosidades limitan la producción mediante métodos convencionales, ya que tal y como lo describe Aguirre (2013), los procesos EOR consisten en la inyección de fluidos o sustancias específicas con el objetivo de recuperar una mayor cantidad de petróleo una vez que la energía natural del yacimiento y los métodos de recuperación secundaria resultan insuficientes para mantener una producción económicamente viable.

Por otra parte, los problemas operaciones y ambientales de los métodos químicos tradicionales han traído desafíos mucho más complejos, debido al énfasis en el desarrollo de nuevos métodos amigables con el medio ambiente. Bajo estas condiciones, la nanotecnología aplicada en combinación con surfactantes promete mejorar la efectividad en la reducción de la

tensión interfacial entre el crudo y el agua, para mejorar la recuperación del petróleo (Otálvaro Duque, 2015) (Huh, Daigle, Priggiobbe, & Prodanović, 2019).

Por otro lado, en los últimos años, el desarrollo de los nanofluidos ha abierto nuevas posibilidades en el campo del recobro mejorado (EOR). En particular, la nanocelulosa, que puede obtenerse a partir de materia orgánica y ha ganado bastante interés debido a la amplia variedad de aplicaciones que ofrece y al creciente impacto de estos materiales en la industria. Se ha visto que la incorporación de nanopartículas en soluciones con surfactantes no solo mejora la estabilidad del sistema, sino que también ayuda a reducir el tamaño de las partículas dispersas y, en muchos casos, resulta clave para mantener una dispersión adecuada (Pizarro, 2018).

En este contexto, el presente trabajo de investigación tiene como propósito evaluar los cambios en la tensión interfacial de un crudo pesado proveniente de un campo colombiano mediante la funcionalización de un sistema nanofluido–surfactante basado en nanocelulosa y el uso de surfactantes iónicos, específicamente el aniónico dodecil sulfato de sodio (SDS) y el catiónico bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB). Para ello, se contempla la preparación de sistemas nanocelulosa–surfactante y la evaluación de su eficiencia en la reducción de la tensión interfacial (IFT) mediante el uso de tensiómetros de gota colgante y gota giratoria, comparando su desempeño antes y después de la funcionalización. Adicionalmente, se realiza la caracterización fisicoquímica de los materiales y sistemas formulados mediante técnicas como FTIR, DLS y potencial zeta, así como la determinación de la concentración micelar crítica (CMC) y la evaluación de la estabilidad de las dispersiones por medio de la literatura relacionada, con el fin de comprender los mecanismos asociados a la reducción de la tensión interfacial. Los resultados

obtenidos evidenciaron una reducción significativa de la tensión interfacial del sistema crudo–agua mediante la funcionalización de la nanocelulosa con surfactantes iónicos, alcanzando valores inferiores a 1 mN/m en determinadas condiciones de concentración. Estos hallazgos demuestran el potencial de los sistemas nanocelulosa–surfactante como una alternativa promisoría para aplicaciones de recobro mejorado de petróleo.

Finalmente, el presente documento se organiza de la siguiente manera: en el primer capítulo se presentan los objetivos, tanto general como específicos, que guían el desarrollo del estudio. Posteriormente, se desarrolla el marco teórico, donde se abordan los fundamentos relacionados con la nanocelulosa, los surfactantes (SDS y CTAB), su aplicación en recobro mejorado, así como conceptos clave como la concentración micelar crítica (CMC), la tensión interfacial (IFT) y los métodos de medición y caracterización de materiales. El tercer capítulo presenta la metodología experimental empleada para la preparación, caracterización y funcionalización de los sistemas nanocelulosa–surfactante, así como los procedimientos utilizados para la determinación de la tensión interfacial y la concentración micelar crítica. El cuarto capítulo expone los resultados obtenidos y su respectivo análisis, incluyendo la caracterización de los materiales, la evaluación de estabilidad de los sistemas formulados y el desempeño de los surfactantes y sistemas funcionalizados en la reducción de la tensión interfacial. Finalmente, se presentan las conclusiones y recomendaciones derivadas de la investigación.

Lo que nos permitirá a través de este estudio, aportar al desarrollo de alternativas tecnológicas más eficientes y sostenibles para el recobro mejorado de crudos pesados, integrando el uso de materiales de origen renovable y surfactantes con potencial aplicación en la industria petrolera colombiana.

1. Objetivos

1.1 Objetivo General

Evaluar los cambios en la tensión interfacial de un crudo pesado de un campo colombiano a partir de la nanocelulosa funcionalizada con surfactantes iónicos y no iónicos.

1.2 Objetivos Específicos

- Preparar la nanocelulosa obtenida a partir de la materia orgánica, junto con el surfactante aniónico (SDS) y catiónico (CTAB).
- Evaluar la reducción de la tensión interfacial (IFT) en las distintas soluciones mediante el uso de tensiómetros de gota colgante y gota giratoria, comparando los resultados antes de funcionalizar.
- Identificar las concentraciones óptimas de nanocelulosa y surfactantes para lograr la mayor reducción de la Tensión Interfacial a partir de la funcionalización Nanocelulosa-Surfactantes.
- Determinar la concentración micelar crítica (CMC) de cada surfactante (SDS y CTAB) en presencia y ausencia de nanocelulosa, así como su comportamiento reológico.

2. Marco teórico

2.1 Nanocelulosa

Se denomina nanocelulosa (NC) a la celulosa que tiene al menos una dimensión dentro del rango de tamaño del nanómetro. Según el tamaño, la morfología y las técnicas de preparación, los nanomateriales de celulosa se dividen principalmente en materiales de nanoestructura de celulosa como microcristales de celulosa (CNC) y microfibrillas de celulosa (CNF) (Du, y otros, 2019).

Sus propiedades la sitúan como un material altamente transparente y llena de la superficie reactiva de grupos hidroxilo que se pueden funcionalizar con diversas propiedades superficiales (Phanthong, y otros, 2018). Debido a sus propiedades únicas y efectos a nano-escala combinadas con biodegradabilidad y renovabilidad, los nanomateriales de celulosa tienen amplias perspectivas de aplicación en la industria petrolera como síntesis de catalizadores, agentes reductores entre otros.

2.1.1 Nanocristales de celulosa (CNC)

Los nanocristales de celulosa (CNC) se obtienen a través de tratamientos químicos de la celulosa obtenida a través de diversas fuentes, como plantas, animales marinos, algas, hongos, bacterias, invertebrados y amebas con ácidos altamente concentrados a temperaturas controladas y con agitación continua (Sanaguano Peralta, 2021). Tal como lo define Borja Muñoz, (2018) las dimensiones y la cristalinidad varían de acuerdo con la materia prima y/o al procedimiento que se lleve a cabo. Normalmente, el diámetro está comprendido entre los 5 y 50 nanómetros y la longitud tiene un rango de 100 a 500 nanómetros. Bajo estas condiciones, el comportamiento del CNC requiere una atención adecuada en la investigación de su pluralidad de comportamiento mecánico y reológico bajo diversas condiciones de procesamiento (Raeisi Gahrooei y otros, 2021).

Los nanocristales de celulosa (CNC) con forma de barra y alto cristalino se entrelazan fácilmente entre sí para formar una estructura de red. Además, los CNC poseen una alta densidad de grupos hidroxilo en su superficie y las interacciones hidrófobas proceden de la organización cristalina junto con los enlaces de hidrógeno intensivos de las cadenas poliméricas, que pueden presentar propiedades anfífilas (Bao, y otros, 2021). Junto a todo esto, (modificación superficial de nanocristales) sostiene la importancia del CNC aplicable a diversos campos siendo una de las más importantes alternativas viables a los materiales no biodegradables.

2.1.2 Nanofibras de celulosa (CNF)

Se obtienen mediante procesos físico-mecánicos libres de químicos donde se destruyen las fuerzas intermoleculares entre cadenas adyacentes, manteniendo la estructura molecular, para lo cual se aplica micro fluidización, homogeneización a alta presión, molienda y ultrasonificación (Sanaguano Peralta, 2021). A diferencia de los CNC, estas son obtenidas a través de un tratamiento mecánico preservando la región no-cristalina en las microfibras respetando las longitudes de estas (Borja Muñoz, 2018). Este autor define las microfibras como estructuras largas y filiformes de moléculas de celulosa que se estabilizan a través de enlaces de hidrógeno principalmente por los grupos hidroxilo del polímero de celulosa. Durante el tratamiento mecánico, las fuerzas pelarán las fibras y los enlaces interfibrilares entre las moléculas de celulosa se romperán dando lugar a nanofibras con un diámetro de dimensiones nanométricas y longitud de fibra comprendida entre micras y nanómetros.

A diferencia del CNC, las muestras de CNF cuentan con cristalinidades en el rango de 60 a 70% mientras que el CNC, contiene mayores cantidades de material celulósico no cristalino. En

general (Tardy, y otros, 2017) sostienen que las celulosas muy fibriladas tienden a ser más flexibles en estado húmedo que las celulosas cristalinas.

2.2 Surfactantes

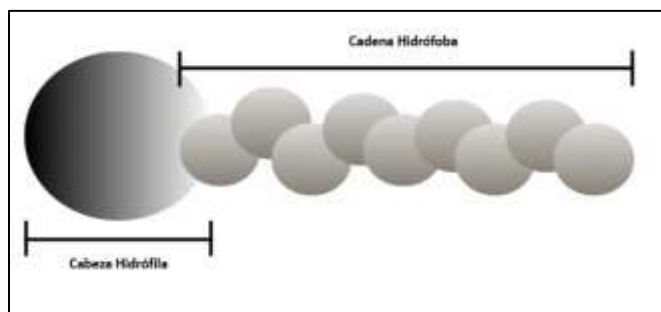
Los surfactantes, también conocidos como agentes tensioactivos, son agentes de humectación que bajan la tensión superficial de un líquido, permitiendo una más fácil dispersión y bajando la tensión interfacial entre dos líquidos. Estos surfactantes son moléculas (Ver Figura 1) que contienen en su cola grupos no polares hidrófobos o lipofílicos y en la cabeza grupos polares hidrofílicos solubles en agua.

De acuerdo con Norman & Trombetta (2007) las aplicaciones de los surfactantes convergen en dos propiedades esenciales de estas sustancias. Una de ellas es la capacidad de absorberse a la interfase, el cual es un fenómeno espontáneo impulsado por la disminución de energía libre del surfactante al ubicarse en la interfase y satisfacer de manera total y/o parcial su doble afinidad polar-no polar.

Por otro lado, se define la tendencia a asociarse para formar estructuras organizadas como el fenómeno impulsado por efectos hidrófobos cuando se añade más surfactante a una solución acuosa.

Figura 1.

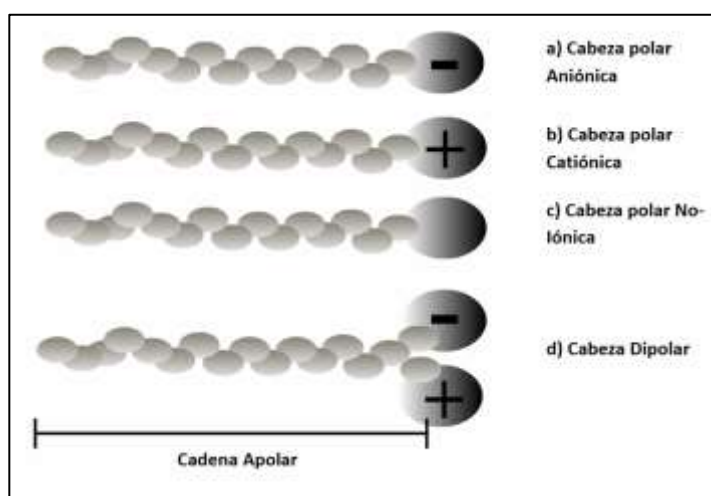
Estructura típica de una molécula de agente tensioactivo.



Estos agentes tensioactivos o surfactantes se pueden clasificar gracias a la carga presente en el grupo polar de la siguiente manera (Ver Figura 2): a) Aniónico: Cabeza polar cargada negativamente, b) Catiónico: Cabeza polar cargada positivamente, c) No-Iónico: Cabeza polar que no posee carga neta, d) Anfóteros: Cabeza dipolar con una carga positiva y otra negativa. (Solé Cabanes, 2014).

Figura 2.

Representación de la clasificación de surfactantes



Nota. Se clasifican en (a) Aniónicos, (b) Catiónicos, (c) No-Iónicos, (d) Anfóteros.

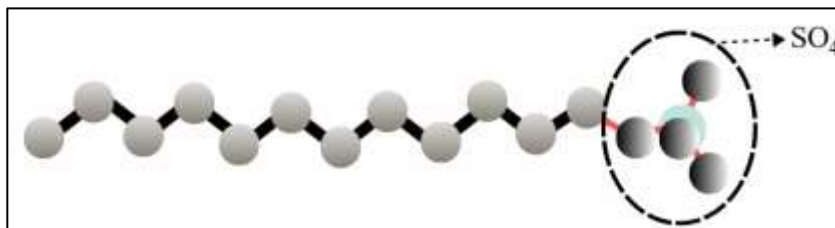
2.2.1 Dodecil Sulfato de Sodio (SDS)

El Dodecil Sulfato de Sodio (SDS), conocido también por las siglas SDS, del inglés Sodium Dodecyl Sulfate, es un surfactante aniónico que cuenta con un grupo dodecilo hidrofóbico de cola hidrocarbonada no polar C_{12} y un grupo sulfato aniónico en la cabeza dentro $m H 2m+1 C m$ del grupo polar (Ver Figura 3). (Shi, Rajesh Tummala, Striolo, 2010). El surfactante SDS al ser una sustancia neutra, la hace uno de los tensioactivos de gran importancia comercial debido a sus propiedades detergentes, espumante y su buena solubilidad

en agua fría (Animas Rivera, 2016).

Figura 3.

Representación esquemática del surfactante SDS.



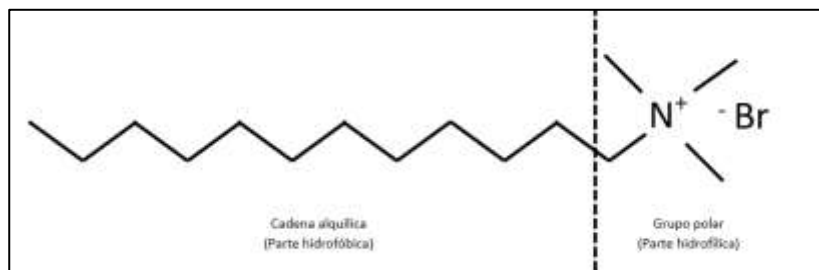
2.2.2 Bromuro de Cetiltrimetilamonio (CTAB)

El bromuro de hexadeciltrimetilamonio (CTAB), conocido también por las siglas CTAB, del inglés Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide, es un surfactante catiónico que cuenta con una cadena alquílica de gran longitud en su parte hidrofóbica (cola) y un grupo amonio cuaternario en el grupo polar (cabeza) (Ver Figura 4). Es un surfactante usualmente utilizado como solución taponante para la extracción de ADN y a su vez como un agente antiséptico efectivo contra bacterias y hongos (An, Long, & Ni, 2017) (Carrera, y otros, 2013).

Este surfactante es, probablemente, el surfactante catiónico más comúnmente usado, debido a su estructura generalmente compuesta por grupos alquilo de cadena larga unidos a través de un átomo de oxígeno o nitrógeno a cadenas de etileno o grupos de óxido de propileno (Gomez Cisneros, 2001).

Figura 4.

Representación de una molécula de CTAB.



2.3 Nanocelulosa en aplicaciones de recobro mejorado de petróleo

2.3.1 Potencial de la nanocelulosa como agente de control de movilidad

El control de movilidad constituye uno de los mecanismos fundamentales en los procesos de recobro mejorado de petróleo, debido a su influencia directa sobre la eficiencia de barrido del fluido desplazante dentro del yacimiento. Cuando el agua inyectada presenta una movilidad considerablemente superior a la del petróleo, pueden generar fenómenos de canalización preferencial y digitación viscosa que limitan el contacto entre el fluido de inyección y las zonas productoras. Como consecuencia, parte del petróleo permanece atrapado en regiones no barridas del medio poroso, reduciendo la eficiencia global del proceso de desplazamiento (Druetta & Picchioni, 2020).

En este contexto, la nanocelulosa ha despertado un creciente interés como material de aplicación potencial en EOR debido a su elevada área superficial específica, su capacidad para establecer interacciones intermoleculares y su habilidad para formar estructuras tridimensionales en suspensión. Estas características le permiten modificar las propiedades reológicas de sistemas acuosos y generar comportamientos que pueden favorecer el control de movilidad del fluido desplazante (Combariza & Martínez-Ramírez, 2021).

Desde la perspectiva del recobro mejorado de petróleo, esta capacidad de modificar las propiedades reológicas resulta particularmente relevante debido a que puede contribuir a disminuir la movilidad de la fase acuosa y favorecer una distribución más uniforme del frente de desplazamiento dentro del medio poroso. Aadland et al. (2018) evaluaron el comportamiento de suspensiones de nanocelulosa para aplicaciones EOR y reportaron que estos materiales presentan potencial para actuar como agentes de control de movilidad debido a su capacidad para incrementar la viscosidad del fluido de inyección y modificar los patrones de flujo durante el desplazamiento en medios porosos. Los autores observaron además que las propiedades reológicas de las dispersiones dependen de factores como la concentración de nanocelulosa, la salinidad del medio y las interacciones entre partículas. De manera complementaria, Combariza y Martínez-Ramírez (2021) destacan que la nanocelulosa representa una alternativa de interés para aplicaciones petroleras debido a su origen renovable, biodegradabilidad y versatilidad química. Estas características, sumadas a su capacidad para modificar propiedades reológicas, han impulsado el creciente interés por evaluar su aplicación en tecnologías de recobro mejorado de petróleo.

2.3.2 Funcionalización de nanocelulosa con surfactantes

El desarrollo de sistemas funcionalizados ha surgido como una estrategia para ampliar las aplicaciones de la nanocelulosa en procesos de recobro mejorado de petróleo. Debido a la elevada área superficial y a la presencia de grupos funcionales en su estructura, los nanocristales de celulosa (CNC) pueden interactuar con diferentes moléculas químicas, permitiendo modificar sus propiedades superficiales mediante procesos de funcionalización (Combariza & Martínez-Ramírez, 2021).

Diversos estudios han demostrado que la incorporación de surfactantes puede modificar la organización superficial de los nanocristales de celulosa, generando cambios en sus interacciones intermoleculares y en su afinidad por diferentes fases. Xingye An et al. (2017) reportaron que la adsorción de CTAB sobre partículas de celulosa produce modificaciones significativas en las propiedades superficiales del material, promoviendo una mayor hidrofobicidad y favoreciendo su comportamiento como estabilizante interfacial.

De manera similar, Wang et al. (2022) señalan que la combinación de nanopartículas celulósicas y surfactantes puede generar sistemas con propiedades diferentes a las obtenidas por cada componente de manera individual. Estas interacciones dependen de factores como la naturaleza del surfactante, la concentración empleada y las características superficiales de la nanocelulosa, aspectos que influyen directamente sobre la estabilidad y el comportamiento de las dispersiones resultantes.

En consecuencia, la funcionalización de nanocelulosa con surfactantes representa una estrategia orientada a integrar en un mismo sistema las ventajas estructurales de los nanocristales de celulosa y las propiedades interfaciales de los agentes tensioactivos. Este enfoque ha motivado el desarrollo de sistemas híbridos basados en nanocelulosa y surfactantes para aplicaciones relacionadas con el recobro mejorado de petróleo.

2.3.3 Sistemas híbridos nanocelulosa–surfactante para EOR

El interés por los sistemas híbridos basados en nanocelulosa y surfactantes surge de la posibilidad de integrar mecanismos que tradicionalmente han sido abordados mediante diferentes tecnologías de recobro químico. Mientras la nanocelulosa puede contribuir a la modificación de las propiedades reológicas del fluido de inyección y al control de movilidad, los surfactantes

aportan actividad interfacial mediante su adsorción en la interfase petróleo-agua. La combinación de ambos componentes busca aprovechar simultáneamente estas contribuciones dentro de una misma formulación (Agista et al., 2018; Druetta & Picchioni, 2020).

Diversas investigaciones han demostrado que las interacciones entre nanopartículas y surfactantes pueden generar comportamientos que difieren de los observados cuando cada componente es empleado de manera individual. Helgeson et al. (2010) reportaron que la adsorción de surfactantes sobre nanocristales de celulosa modifica las características superficiales de las partículas y su comportamiento en sistemas dispersos. De manera similar, Xingye An et al. (2017) observaron que la incorporación de CTAB sobre materiales celulósicos promueve cambios en la hidrofobicidad superficial y en la afinidad interfacial del sistema resultante.

Dentro de este contexto, los sistemas CNC-SDS y CNC-CTAB representan alternativas de interés debido a la naturaleza de las interacciones que pueden establecerse entre los surfactantes y la superficie de los nanocristales de celulosa. En particular, los grupos sulfato presentes en los CNC obtenidos mediante hidrólisis con ácido sulfúrico favorecen interacciones electrostáticas con surfactantes catiónicos como el CTAB, mientras que surfactantes aniónicos como el SDS pueden generar modificaciones superficiales a través de mecanismos de adsorción e interacción intermolecular reportados en la literatura (Helgeson et al., 2010; Xingye An et al., 2017).

2.4 Concentración Micelar Crítica (CMC)

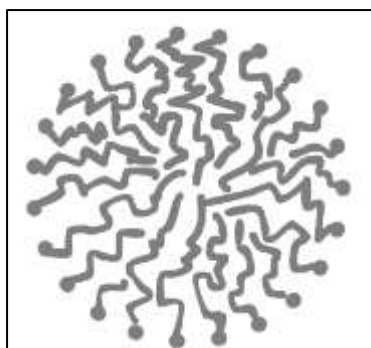
En particular, los surfactantes, cuando se mezclan con agua o aceite, tienden a formar estructuras denominadas micelas (Ver figura 5), las cuales son un tipo de agregados en el que las moléculas de tensioactivo se disponen con sus grupos hidrofílicos en contacto con el solvente y la parte hidrofóbica hacia el interior (Garcia Quintero, 2020). Por otro lado, cuando

las moléculas de surfactante se agregan al agua en bajas concentraciones, estas permanecen dispersas.

A medida que la concentración aumenta, el surfactante comienza a formar lo que se denominan micelas y su forma y tamaño en configuración esférica, cilíndrica o plana (discos o bicapas)), pueden variar según el tipo de tensioactivo utilizado, además de la temperatura, fuerza iónica, pH, concentración y composición del tensioactivo (Pasquali, Bregni, & Serrao, 2004).

Figura 5.

Micela.



A partir de esto, (Saenz Rubio, 2021) define la concentración micelar crítica como la concentración de surfactante mínima necesaria a la que se forman las micelas en el medio, siendo un valor que varía según el surfactante. Gracias al cambio en la tendencia en algunas de sus propiedades físicas y químicas, tales como la conductividad eléctrica, la tensión superficial, la viscosidad, la densidad, la dispersión de luz y el índice de refracción se puede determinar estas concentraciones (Salas Hernandez, Castrejon Gonzalez, Macias Jamaica, & Rico Ramirez, 2012).

Una vez que se ha superado la concentración a la que se forman las micelas, el fluido

comienza a mostrar un comportamiento no lineal. Debido a esto, se clasifica como un fluido complejo que no cumple la ley de Newton de la viscosidad. Un ejemplo de este tipo de fluidos pueden ser las emulsiones, geles, espumas y polímeros (Animas Rivera, 2016).

2.5 Tensión Interfacial (IFT)

La tensión interfacial se define como la energía de Gibbs por unidad de área de interfase a condiciones de presión y temperatura fijas. La tensión interfacial se produce porque una molécula cerca de una interfase tiene interacciones moleculares diferentes de una molécula equivalente dentro de un fluido estándar (Schlumberger, s.f, en Medina Leguia & Estrada Fernández, 2023). Todo este fenómeno ocurre dentro una interfase, definida por (Saenz Rubio, 2021) como una zona de transición con un grosor muy pequeño que a nivel molecular es importante y distinto a cero, en la cual se generan fuerzas de cohesión gracias a la interacción altamente repulsiva de las moléculas de los líquidos los cuales tienden a moverse hacia el seno de su propia fase (Quintana Suarez, 2022). De ese mismo razonamiento (Galvis Cuellar & Guerrero Martin, 2016) sostienen que la tensión interfacial es un fenómeno macroscópico con orígenes microscópicos. En ese nivel macroscópico, la tensión superficial se origina debido a la diferencia entre las moléculas al interior del líquido y en la superficie (Jimenez de Pablo, 2012). En este escenario, los surfactantes emergen con el fin de reducir la tensión interfacial gracias a su acción de detergencia que quita el aceite adherido a los poros y por ende puede ser recuperado (Quintana Suarez, 2022).

2.5.1 Factores que afectan la Tensión Interfacial

El comportamiento de la tensión interfacial depende de varios factores, tales como las condiciones presentes en el yacimiento, el comportamiento del surfactante en la interfase entre el petróleo atrapado y la salmuera, el nivel de dilución del surfactante, así como su adsorción sobre la superficie de la roca (Anchicoque Niño & Torres Ramos, 2018).

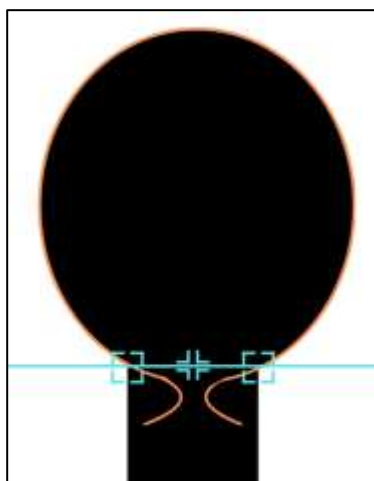
2.6 Medición de la Tensión Interfacial

2.6.1 Gota Colgante

Este método consiste en una gota de líquido suspendida en el extremo de un tubo capilar. La tensión es determinada a partir de la elongación vertical (deformación) que genera la fuerza de gravedad (Medina Leguia & Estrada Fernández, 2023). En la Figura 6 se muestra el esquema arrojado por el software de la gota colgante.

Figura 6.

Perfil de una gota colgante



Una vez formada la gota, esta es fotografiada y las dimensiones medidas, para calcular la tensión Interfacial utilizando la Ecuación 1:

$$\sigma = \frac{(\Delta\rho) * g * d_e^2}{H}$$

Ecuación 1. Ecuación que define la Tensión Interfacial

Donde $\Delta\rho$ representa la diferencia de densidades entre la gota y el medio que está inmersa, la constante gravitacional (g), (d_e^2) es el máximo diámetro ecuatorial de la gota y (H) un factor de corrección de forma adimensional (Medina Leguia & Estrada Fernández, 2023).

Este método es relativamente simple, ya que exige solamente medir dos longitudes, lo cual se hace fácilmente con un telemicroscopio o sobre una macrofotografía (Jimenez de Pablo, 2012). Sin embargo, existen complicaciones que van desde el número de Bond (el equilibrio entre la tensión interfacial y las fuerzas gravitacionales), el volumen de la gota (Quintana Suarez, 2022) y la destreza experimental para formar una gota estable y para mantenerla libre de oscilación. (Jimenez de Pablo, 2012)

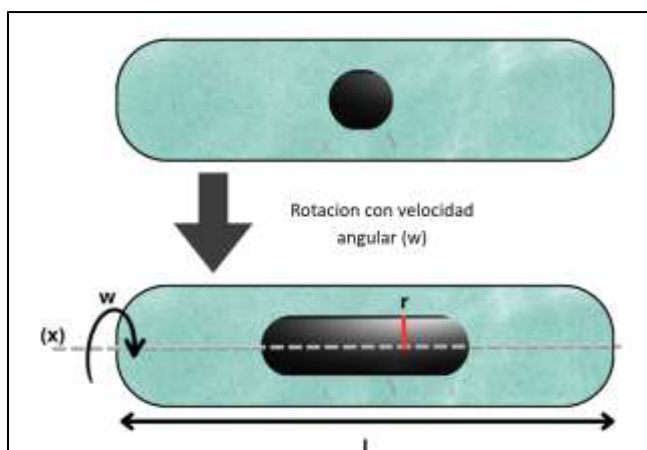
2.6.2 Gota Giratoria

Este instrumento es exclusivamente para mediciones por debajo de 10-2 mN/m. Las dos fases por investigar se colocan en un recipiente cerrado que gira a una velocidad conocida alrededor de un eje horizontal. Bajo la influencia de las fuerzas de rotación y de tensión superficial, la fase más ligera adoptará la forma de equilibrio de una burbuja alargada a lo largo del eje de rotación. Si la longitud de la burbuja es mayor que el radio, la forma de la burbuja puede aproximarse a la de un cilindro circular con extremos semiesféricos (Medina Leguia & Estrada Fernández, 2023).

Dicho de otra manera, consiste en agregar una gota del fluido menos denso (aceite) dentro de un capilar, el cual se encuentra lleno de la fase más densa (surfactante). El capilar se ubica dentro del equipo y se hace girar alrededor de su eje a una velocidad angular determinada (Ver figura 7). Esta información llega a un ordenador en tiempo real, en el que se evidencia la deformación de la gota y su estabilización, la longitud y el radio de la gota. (Anchicoque Niño & Torres Ramos, 2018).

Figura 7.

Deformación de la gota con el principio de la gota giratoria



2.7 Caracterización de materiales

2.7.1 Conductividad Eléctrica

La conductividad eléctrica de una solución es una medida de la capacidad para conducir y/o impedir la electricidad. Esta medida se realiza principalmente debido a su accesibilidad y facilidad de aplicar para conocer el contenido iónico de una disolución de sales. Esta propiedad se determina midiendo la resistencia de una disolución entre dos electrodos, siguiendo la Ley de Ohm Ver Ecuación 2:

$$R[\Omega] = \rho \frac{L[m]}{A[m^2]}$$

Ecuación 2. Ley de Ohm

Siendo ρ el factor de resistividad característico de cada sustancia. Es importante tener en cuenta que la conductividad depende de la temperatura ambiente, por lo que todas las medidas deben considerar esta variable. Cuando la conductividad se mide de forma continua, sirve para analizar la concentración de iones en una solución con el tiempo, por lo que están relacionados con procesos cinéticos de estado no estacionario (Jarabo Friedrich, Olortegui Escartín, & García Álvarez, 2019).

2.7.2 Índice de Refracción (IR)

El índice de refracción es una característica inherente de una sustancia, estrechamente relacionada con sus propiedades físicas y químicas (Castro Ladino & Avila Bernal, 2019). Es un parámetro muy útil de los medios homogéneos, ya que está relacionado con las fuerzas intermoleculares a partir de su dependencia con la densidad. Esto se debe a su aguda variabilidad del índice de refracción a partir de la relación con el volumen de la molécula, generando así, variaciones de las fuerzas intermoleculares entre compuesto a compuesto. A partir de esta información, es importante entender una de las clasificaciones más desafiantes de los materiales debido a su dificultad para ser medidas de forma exacta y/o definir sus límites; los Materiales Transparentes y Materiales Opacos.

Se entiende por material o sustancia transparente a todo aquel que nos permite una visión “perfecta” a través de su estructura. Por ejemplo, el vidrio o el agua, los cuales son considerados como materiales y sustancias transparentes. Aunque no es común utilizar el término "transparencia

total", este se refiere a la ausencia de absorción, es decir, toda la luz que incide sobre el material es transmitida a través de su interior y guiada hasta su extremo opuesto.

Por otro lado, también son conocidos los materiales denominados opacos, los cuales pueden ser definidos como aquellos que generan variaciones en la intensidad de las frecuencias de la luz que incide sobre ellos. Este tipo de sustancia, contrario a los materiales transparentes, permite considerar que la opacidad va asociada a la absorción, puesto que, todo material absorbente, va a tener cierto grado de opacidad o, dicho de otra manera, un material que genera un tono visual (color) conocido como opaco (Serradell Cullell, 2009).

A partir de esta información, se define el índice de refracción como la relación entre la velocidad de la luz en el vacío y su velocidad en el medio de interés (Ecuación 3), siendo c la velocidad de la luz en el vacío y v la velocidad de la luz en el medio a determinar. Cuando el estudio es realizado al vacío, el índice de refracción es igual a la unidad (Pulfrich).

$$n = \frac{c}{v}$$

Ecuación 3. Índice de refracción

El índice de refracción puede ser medido por medio equipos tecnológicos conocidos como refractómetros (instrumento óptico utilizado para medir el índice de refracción de una sustancia, y por tanto el efecto de la refracción de la luz en ese medio), por medio de propiedades ondulatorias de la luz, las cuales estudian las propiedades de muestras atravesadas por rayos luminosos, es decir, permiten medir cómo cambia la velocidad de la luz al pasar al interior de cierta sustancia.

Estos equipos se enfocan en el estudio del fenómeno en que la luz pasa de un medio a otro, conocido como refracción de la luz. Un ejemplo es cuando la luz pasa del aire al agua, suele sufrir

una desviación que viene determinada a partir de la relación entre los índices de refracción de ambos medios atravesados.

Esta propiedad de las sustancias puede ser aplicada en amplias ramas como la mineralogía o química a partir del análisis de las propiedades de la luz y los medios que atraviesa, siendo una característica estudiada y aplicada en el análisis de productos como aceites, grasas, chocolates, mantecas, esencias y otras sustancias de interés industrial, ofreciendo, en ocasiones, datos fiables sobre la composición cuantitativa de mezclas de dos cuerpos, siendo a su vez, también un parámetro muy importante en diversas aplicaciones científicas e industriales, ya que proporciona información sobre la composición y pureza de una sustancia (Bertomeu Sánchez, 2005) (Pulfrich).

2.7.3 Dispersión de Luz Dinámica (DLS)

La técnica de dispersión de luz dinámica (DLS) se basa en la interacción de la radiación electromagnética al chocar con pequeñas partículas de tipo coloidal o incluso molecular suspendidas en un medio. A partir de estas interacciones se obtiene información sobre la estructura y la dinámica molecular de las partículas a estudiar (Escalona Rayo & Quintanar Guerrero, 2014). Dado que las partículas en suspensión se asemejan a un movimiento Browniano, su desplazamiento genera fluctuaciones en la intensidad de la luz dispersada, la cual depende del tamaño de las partículas y de su capacidad de dispersión (Leon Martinez, 2015). Esta técnica se ha consolidado como una herramienta líder en determinación de tamaños de partícula y observación de interacción entre el tamaño de los polímeros (Cuadros Moreno, Casañas Pimentel, San Martin - Martinez, Yañes Fernandez, 2014).

Por otra parte, también se encuentra la dispersión de luz estática, la cual se diferencia en la dependencia del ángulo, mientras que la DLS tiene en cuenta la variación de la intensidad de

dispersión en el tiempo, es decir, la luz láser busca alcanzar las partículas presentes en una suspensión, y en consecuencia una dispersión en todas las direcciones posibles. Si la medición se obtiene de una sola dirección, los haces de luz dispersados por las distintas partículas permitirán una observación de la interferencia de los rayos dispersados, lo que me llevará a mediciones más efectivas (Cuadros Moreno, Casañas Pimentel, San Martín - Martínez, Yañes Fernández, 2014).

2.7.4 Potencial Z (ζ)

El potencial zeta o potencial ζ es una propiedad física que tiene cualquier partícula o molécula que se encuentra en una suspensión, dicha propiedad mide el potencial electrocinético en sistemas coloidales (fina dispersión de los estados fundamentales de la materia en otra) en la química coloidal. Algunos ejemplos de sistemas coloidales son el agua, la sangre y muchos productos farmacéuticos.

Por esta razón, el Potencial Zeta presenta una relación directa con la estabilidad de las dispersiones coloidales y el balance entre las cargas repulsivas en la partícula coloidal y las fuerzas de atracción de Van Der Waals. Gracias a esto, es posible maximizar las fuerzas repulsivas entre las partículas cargadas en una dispersión para producir suspensiones estables, de esta manera, las repulsiones mutuas entre partículas adyacentes van a evitar la formación de flóculos. Por otro lado, al minimizar las fuerzas de repulsión entre las partículas, darán paso a la formación de aglomerados, como por ejemplo en casos como tratamientos de agua, donde las partículas turbias serán sedimentadas y podrán ser filtradas fácilmente. Dicho de otra manera, las moléculas y partículas con un alto Potencial Zeta tendrán mayor estabilidad, es decir, una solución sin agregaciones que a su vez indica una estabilización eléctrica. Cuando el potencial en las moléculas y partículas es bajo, dará paso a la interacción entre partículas, lo cual superará las fuerzas de

repulsión y se forman flóculos/coágulos en lugar de ser una solución dispersa (Tibaquirá G., Moran, Otanicar, & Posner, 2007) (Batalla Mayoral, Cuadros Moreno, & San Martín - Martínez, 2014).

El rango de Potencial Zeta tiene valores típicos entre +100 mV hasta -100 mV, pasando por 0 mV. Cuando se hace referencia a una solución con valores para suspensiones completamente estables, se habla de un Potencial Zeta cuyos valores absolutos están por encima de +60 mV y por debajo de +100 mV. Mientras que, aquellos valores cuyo rango se encuentra por debajo +60 mV y por encima de -100 mV indicarán soluciones con suspensiones altamente floculadas. Finalmente, se cree que el rango de valores donde ocurre la floculación es cuando los valores de Potencial Zeta son iguales o aproximados a cero (+10 mV, -10 mV) (Dinger, 2006).

2.7.4 Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

La espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier es una técnica analítica ampliamente utilizada para la caracterización química de materiales mediante la identificación de grupos funcionales presentes en su estructura molecular. Su principio de funcionamiento se basa en la interacción de la radiación infrarroja con la materia, donde determinadas frecuencias son absorbidas por los enlaces químicos cuando la energía incidente coincide con los modos vibracionales característicos de las moléculas (Stuart, 2004).

La absorción de radiación infrarroja produce vibraciones de estiramiento y flexión en los enlaces químicos presentes en una sustancia. Como resultado, cada material genera un espectro característico que puede interpretarse como una huella molecular, permitiendo identificar grupos funcionales específicos y evaluar posibles modificaciones químicas ocurridas en la superficie de un material (Smith, 2011).

En el caso particular de la nanocelulosa, la espectroscopia FTIR permite identificar las bandas asociadas a los grupos hidroxilo (-OH), enlaces carbono-hidrógeno (C-H) y enlaces carbono-oxígeno (C-O) característicos de la estructura celulósica. Asimismo, la técnica resulta especialmente útil para evaluar procesos de modificación superficial o funcionalización, debido a que la incorporación de nuevas especies químicas puede generar desplazamientos, cambios de intensidad o la aparición de nuevas bandas de absorción asociadas a los grupos funcionales introducidos (Phanthong et al., 2018). Dentro de investigaciones relacionadas con sistemas híbridos nanocelulosa–surfactante, el análisis FTIR constituye una herramienta importante para verificar la presencia de interacciones entre ambos componentes. La identificación de bandas características asociadas a grupos sulfato en el caso del SDS o grupos amonio cuaternario en el caso del CTAB puede proporcionar evidencia de la incorporación de estas moléculas sobre la superficie de la nanocelulosa, permitiendo complementar la información obtenida mediante otras técnicas de caracterización (An et al., 2017)

3. Metodología Experimental

El desarrollo del presente trabajo de grado se organizó en diferentes etapas experimentales (Figura 8), orientadas a evaluar los cambios en la tensión interfacial de un crudo pesado a partir de la funcionalización de la nanocelulosa con los surfactantes iónicos SDS (aniónico) y CTAB (catiónico). Para dar cumplimiento al primer objetivo específico de la investigación, inicialmente se realizó la obtención de la nanocelulosa a partir de materia orgánica y la preparación de los sistemas funcionalizados mediante la incorporación de los surfactantes seleccionados. En esta etapa se describen los procedimientos empleados para la obtención de la nanocelulosa, la preparación de las soluciones madre de surfactantes y la formación de las diferentes formulaciones utilizadas posteriormente en los análisis experimentales.

Posteriormente, se realizó una revisión bibliográfica orientada a comprender las propiedades, mecanismos de interacción y comportamiento de los surfactantes seleccionados, estableciendo las bases para el diseño experimental. Con esta información, se prepararon las soluciones de nanocelulosa y surfactantes en diferentes concentraciones (100–1000 ppm), con el propósito de evaluar su capacidad para modificar la tensión interfacial del crudo pesado y determinar las condiciones de mayor eficiencia.

La evaluación de la tensión interfacial (IFT) se llevó a cabo mediante las técnicas de gota giratoria y gota colgante. La técnica de gota giratoria fue empleada para valores de IFT inferiores a 1 mN/m, mientras que la técnica de gota colgante se utilizó para valores superiores a 1 mN/m. Estos ensayos permitieron analizar el comportamiento interfacial de los sistemas estudiados e identificar las concentraciones con mayor capacidad de reducción de la tensión interfacial.

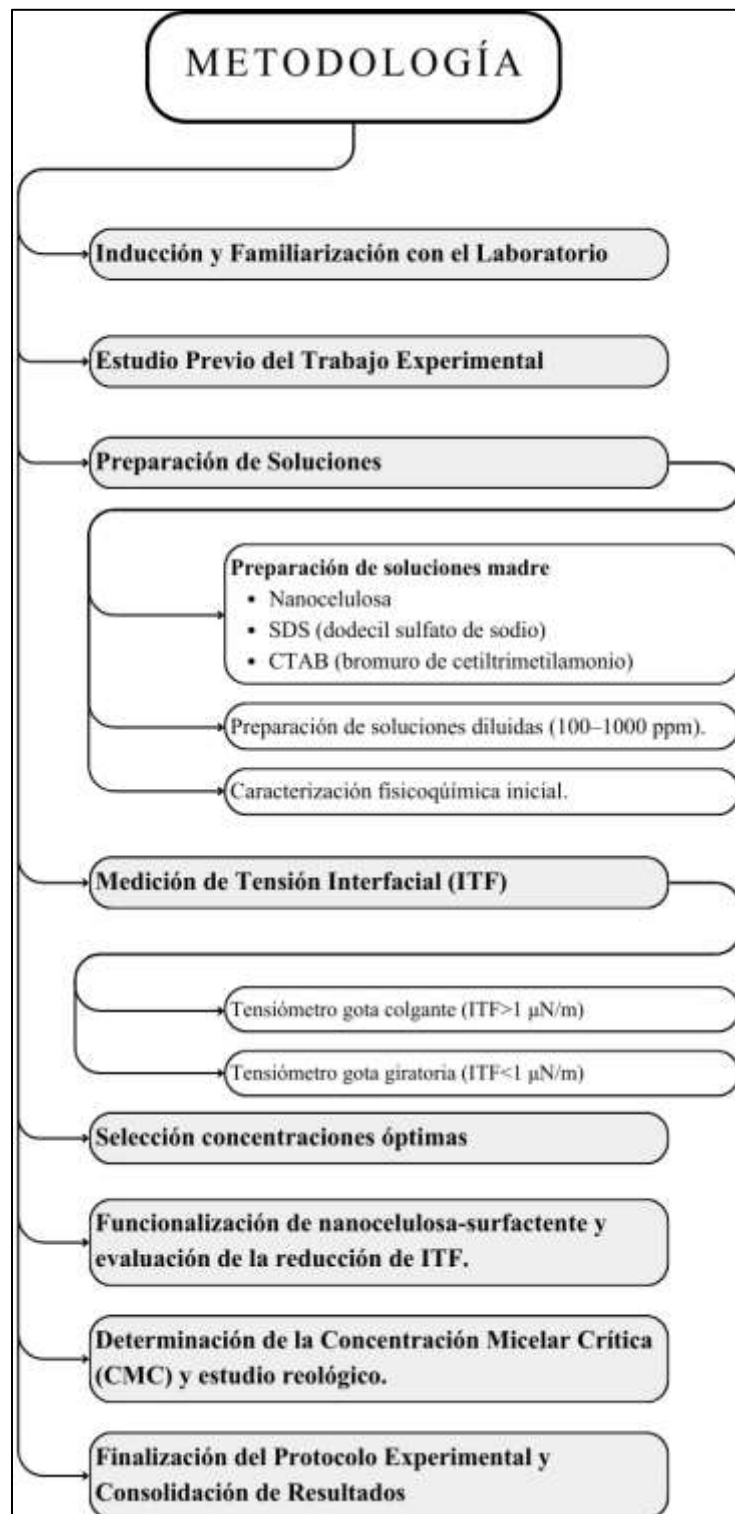
A partir de los resultados obtenidos, se seleccionaron las concentraciones de nanocelulosa y surfactantes que presentaron el mejor desempeño. Posteriormente, se realizó la funcionalización

de la nanocelulosa con SDS y CTAB para evaluar el efecto de la incorporación de los surfactantes sobre la reducción de la tensión interfacial, comparando el comportamiento de los sistemas antes y después de la funcionalización y tomando como referencia el sistema crudo-medio acuoso.

Finalmente, los sistemas funcionalizados fueron evaluados mediante la determinación de la concentración micelar crítica (CMC) y la caracterización de sus propiedades fisicoquímicas, con el fin de establecer la influencia de la presencia de nanocelulosa sobre el comportamiento de los surfactantes. De esta manera, la metodología experimental permitió desarrollar de forma ordenada los objetivos planteados en la investigación y establecer la relación entre la preparación de los sistemas, su comportamiento interfacial y sus propiedades finales.

Figura 8.

Representación esquemática del procedimiento experimental.



3.1 Diseño experimental

La presente investigación se desarrolló mediante un estudio experimental cuyo propósito fue evaluar el efecto de la concentración de nanocelulosa y de los surfactantes SDS (dodecil sulfato de sodio) y CTAB (bromuro de cetiltrimetilamonio) sobre la reducción de la tensión interfacial entre un crudo pesado colombiano y una fase acuosa. En este estudio, la fase acuosa estuvo compuesta por soluciones de los surfactantes mencionados.

Para el desarrollo de la investigación se evaluaron diferentes concentraciones de cada componente en intervalos previamente establecidos. Esta estrategia permitió analizar cómo variaba la tensión interfacial a medida que aumentaba la concentración, identificar tendencias en el comportamiento de cada sistema y determinar las condiciones con mayor capacidad de reducción de la tensión interfacial.

La selección de las concentraciones se realizó de manera progresiva, con el fin de obtener una visión detallada del efecto de la concentración sobre el desempeño de la nanocelulosa y los surfactantes. A partir de los resultados obtenidos fue posible identificar las concentraciones más favorables, las cuales fueron empleadas posteriormente en la determinación de la concentración micelar crítica (CMC) y en la preparación de los sistemas funcionalizados.

Con el fin de dar cumplimiento a los objetivos generales y específicos planteados, el trabajo experimental se desarrolló en cuatro etapas principales:

Etapas I. Planeación y preparación experimental.

Etapas II. Preparación y evaluación individual de los componentes.

Etapas III. Determinación de las concentraciones óptimas y de la concentración micelar crítica (CMC).

Etapas IV. Evaluación de sistemas funcionalizados.

3.1.1 Etapa I: Planeación y preparación experimental

La primera etapa de la investigación estuvo enfocada en la planeación y preparación de las actividades necesarias para el desarrollo experimental del proyecto. Inicialmente, se realizó una revisión de la literatura relacionada con la reducción de la tensión interfacial mediante el uso de surfactantes y materiales nanoestructurados. Esta revisión permitió fortalecer los conocimientos teóricos necesarios para la investigación, conocer los avances reportados en trabajos previos y tomar como referencia metodologías que sirvieran de apoyo para el desarrollo del estudio.

De manera simultánea, se definieron los procedimientos experimentales que se implementarían durante la investigación, así como las variables de estudio, los rangos de concentración a evaluar y las condiciones de trabajo requeridas para cumplir con los objetivos planteados.

Asimismo, se realizó una inducción al laboratorio con el fin de conocer las normas de seguridad, los protocolos de ingreso y las buenas prácticas de trabajo que debían seguirse durante la ejecución de los ensayos. Durante esta etapa también se llevó a cabo la familiarización con los equipos e instrumentos empleados en la investigación, comprendiendo sus principios de funcionamiento, condiciones de operación y manejo adecuado. De igual manera, se revisaron las características, propiedades y precauciones asociadas a las sustancias utilizadas a lo largo del desarrollo experimental.

Esta etapa permitió establecer las bases teóricas y metodológicas necesarias para el desarrollo de las fases posteriores, además de garantizar un manejo adecuado de los materiales, equipos y procedimientos empleados durante la investigación.

3.1.2 Etapa II: Preparación y evaluación individual de los componentes

Durante esta etapa se llevó a cabo la preparación y evaluación individual de la nanocelulosa, el dodecil sulfato de sodio (SDS) y el bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB), con el fin de analizar cómo la concentración de cada componente influía en la reducción de la tensión interfacial entre un crudo pesado colombiano y una fase acuosa.

Para ello, se evaluaron diez niveles de concentración: 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900 y 1000 ppm. Estas concentraciones fueron seleccionadas en intervalos de 100 ppm con el propósito de observar de manera gradual el comportamiento de cada sistema e identificar posibles tendencias asociadas al aumento de la concentración. En total, se prepararon diez muestras para cada sustancia evaluada (nanocelulosa, SDS y CTAB), lo que permitió establecer la relación entre la concentración y la capacidad de reducción de la tensión interfacial, así como identificar los rangos de concentración con mejor desempeño para las etapas posteriores del estudio.

Una vez preparadas las muestras, se realizaron las mediciones de tensión interfacial correspondientes a cada concentración. Para ello, se siguieron las condiciones operativas establecidas para cada equipo, manteniendo un control adecuado de la preparación de las muestras, la temperatura de trabajo y la calibración de los instrumentos. Inicialmente, las mediciones se efectuaron utilizando un OCA 15EC (DataPhysics Instruments) mediante la técnica de análisis de forma de gota, ampliamente utilizada para la determinación de tensiones interfaciales y superficiales. En aquellos casos en que las formulaciones lograron reducciones importantes de la tensión interfacial y se alcanzaron valores muy bajos, fue necesario emplear un M6500 Spinning Drop Tensiometer, debido a su mayor precisión para la medición de tensiones interfaciales

ultrabajas. De esta manera, se aseguró la confiabilidad de los resultados en todo el rango de concentraciones evaluado.

Cada medición se realizó por triplicado, obteniéndose tres valores de tensión interfacial para cada muestra. Posteriormente, se calculó el promedio de las mediciones como valor representativo de cada concentración. Cuando alguna de las réplicas presentaba una variación considerable respecto a las demás, el ensayo se repetía con el fin de verificar la consistencia de los resultados y garantizar su reproducibilidad.

Finalmente, los valores promedio obtenidos fueron comparados para determinar el efecto de la concentración sobre la reducción de la tensión interfacial. A partir de este análisis, se seleccionaron las concentraciones que mostraron el mejor desempeño, las cuales fueron utilizadas posteriormente para la determinación de la concentración micelar crítica (CMC) y la preparación de los sistemas funcionalizados evaluados en las siguientes etapas de la investigación.

3.1.3 Etapa III. Determinación de las concentraciones óptimas y de la concentración micelar crítica (CMC)

Una vez obtenidos los resultados de tensión interfacial para la nanocelulosa, el SDS y el CTAB a las diferentes concentraciones evaluadas, se realizó la tabulación de los datos experimentales en hojas de cálculo. Posteriormente, se efectuó un análisis comparativo de los resultados con el fin de evaluar el comportamiento de cada componente y su capacidad de reducción de la tensión interfacial.

A partir de los valores promedio obtenidos para cada concentración, se identificaron aquellas condiciones que presentaron los menores valores de tensión interfacial. Estas concentraciones fueron consideradas como las concentraciones óptimas de trabajo, debido a su mayor eficiencia en la reducción de la tensión interfacial entre el crudo pesado colombiano y la fase acuosa.

Con la información recopilada, se elaboraron gráficas de tensión interfacial en función de la concentración para los surfactantes SDS y CTAB. El análisis de estas curvas permitió evaluar el comportamiento de cada sistema a medida que aumentaba la concentración del surfactante e identificar la región en la que la reducción de la tensión interfacial comenzaba a estabilizarse. A partir de este cambio en la pendiente de la curva, se estimó la concentración micelar crítica (CMC), correspondiente a la concentración a la cual se inicia la formación de micelas en solución.

Los resultados obtenidos en esta etapa permitieron determinar las concentraciones óptimas de trabajo y la concentración micelar crítica de cada surfactante, información que sirvió como base para la formulación y evaluación de los sistemas funcionalizados desarrollados en la etapa posterior de la investigación.

3.1.4 Etapa IV. Evaluación de sistemas funcionalizados

En esta etapa se evaluó el efecto de la funcionalización de la nanocelulosa con surfactantes sobre el comportamiento interfacial frente a un crudo pesado colombiano. Para ello, se prepararon sistemas funcionalizados empleando las concentraciones de trabajo seleccionadas en las etapas previas de la investigación.

El factor de estudio correspondió al tipo de sistema funcionalizado, considerando las diferentes formulaciones obtenidas a partir de la combinación de nanocelulosa con los surfactantes evaluados. Como variables de respuesta se consideraron la reducción de la tensión interfacial, la estabilidad coloidal, la distribución de tamaño de partícula y las interacciones fisicoquímicas presentes en los sistemas.

Para la evaluación de dichas variables se realizaron mediciones de tensión interfacial, potencial Z, dispersión dinámica de luz (DLS) y espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), permitiendo analizar de manera integral el efecto de la funcionalización sobre las propiedades interfaciales y fisicoquímicas de los sistemas obtenidos.

3.2 Preparación de soluciones: Nanocelulosa, SDS y CTAB

Para iniciar la preparación de los materiales empleados en el estudio, se realizó una fase de inducción integral en el laboratorio, que incluyó capacitación teórica y práctica sobre el manejo adecuado de sustancias, equipos e instrumentos. Durante esta formación se enfatizó la importancia de mantener cada elemento libre de contaminación, garantizando así la calidad, reproducibilidad y confiabilidad de los procesos experimentales.

Posteriormente, se llevó a cabo el reconocimiento detallado del entorno de trabajo, verificando las condiciones de operación segura y los protocolos asociados al tratamiento de materiales sensibles. Una vez completada esta etapa, se procedió a separar y cuantificar las cantidades requeridas de los sólidos a emplear: nanocelulosa liofilizada, SDS y CTAB, asegurando su disponibilidad exclusiva y en condiciones óptimas para el desarrollo de la tesis experimental.

3.2.1 Preparación soluciones madre

Para iniciar la preparación de las soluciones madre, se procedió a formular volúmenes base de solución madres, con concentraciones suficientemente altas que permitieran posteriormente obtener, mediante diluciones sucesivas, las soluciones finales entre 100 y 1000 ppm (10 soluciones por cada sustancia). Para ello, se prepararon soluciones madre de 3000 ppm utilizando 1 litro de agua destilada como fase continua para el caso de la nanocelulosa, y 3000 ppm en 100 mililitros para los surfactantes (SDS y CTAB).

En el caso de la nanocelulosa, el material se encontraba en estado puro y liofilizado, y los surfactantes en forma de compuestos químicos secos, por lo que se extremaron las precauciones para evitar cualquier tipo de contaminación durante su manipulación. Se consideró su pureza y su equivalencia de concentración, donde 3 g de nanocelulosa en 1 litro de agua destilada corresponde a una solución de 3000 ppm. Para los surfactantes SDS y CTAB, las soluciones madre se prepararon en frascos Schott de 100 mL, adicionando 0,3 g de cada surfactante para obtener la concentración requerida (3000 ppm).

Por otro lado, un aspecto crítico durante la preparación de las soluciones fue la higroscopicidad de la nanocelulosa. Esta propiedad corresponde a la capacidad del material para absorber humedad del ambiente debido a la presencia de numerosos grupos hidroxilo en su estructura, los cuales favorecen la interacción con moléculas de agua (González, 2018.). En términos generales, la higroscopicidad describe la capacidad de un material para intercambiar vapor de agua con el medio que lo rodea, modificando su contenido de humedad en función de las condiciones ambientales (Ruiz, Morales & Rivero, 1995). Por esta razón, el proceso de pesaje y transferencia se realizó de manera rápida y controlada, minimizando la exposición al ambiente

para evitar la hidratación prematura de la nanocelulosa y garantizar la exactitud en la preparación de la solución madre.

Figura 9.

Representación visual de la preparación de solución madre.



Para el montaje experimental destinado a la preparación de la solución madre de nanocelulosa, se empleó un frasco Schott de 1000 mL como recipiente de almacenamiento; inicialmente se adicionaron los 1000 mL de agua destilada y el frasco se colocó sobre la plancha magnética, activando la agitación para generar un vórtice estable (ver Figura 9). En el caso de los surfactantes, se siguió el mismo procedimiento, pero utilizando frascos Schott de 100 mL para la preparación de sus respectivas soluciones madre.

Una vez establecido el vórtice, se procedió al proceso de transferencia de la nanocelulosa liofilizada hacia el Schott, para ello, se utilizó un embudo para añadir la nanocelulosa de manera continua y controlada mientras la mezcla permanecía en agitación, lo que favoreció su dispersión homogénea y evitó la formación de masas debido a las propiedades polares de la nanocelulosa. Durante esta etapa se tomaron precauciones para minimizar la formación de burbujas y la incorporación de aire en la solución.

Finalmente, se caracterizaron las soluciones madre de nanocelulosa previamente preparadas, obteniendo un pH de 5 y un índice de refracción de 1,3333. Con base en estos valores, se realizó una prueba de añejamiento analizando la estabilidad de la solución a las 2, 24 y 48 horas posteriores a su preparación. Antes de cada medición, la muestra se sometió a un baño de ultrasonido a 44 grados Celsius para asegurar su homogeneidad en base a la vibración a través de las ondas de ultrasonido y así evitar la sedimentación de partículas, garantizando así su adecuada condición para las posteriores diluciones.

3.2.2 Procedimiento de Dilución de las Soluciones Madre

Una vez obtenidas las soluciones madre, se procedió a preparar las disoluciones de nanocelulosa, SDS y CTAB en concentraciones entre 100 y 1000 ppm. Para ello se aplicó la ecuación de dilución, considerando como soluto el volumen de solución madre de cada sustancia y como solvente el volumen de agua destilada necesario para completar un volumen final de 40 mL para cada concentración.

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

Donde:

C_1 = Concentración Inicial

V_1 = Volumen inicial

C_2 = Concentración final

V_2 = Volumen final

Ecuación 4. Ecuación de dilución.

En esta ecuación, C1 corresponde a la concentración de la solución madre (3000 ppm), V1 al volumen requerido de dicha solución, C2 a la concentración final deseada (100–1000 ppm) y V2 al volumen objetivo, establecido en 40 mL. La ecuación se despejó para determinar V1, es decir, el volumen de solución madre necesario para preparar cada una de las concentraciones. Una vez calculado V1, el volumen restante hasta completar el volumen final requerido para cada concentración se obtuvo mediante la adición de agua destilada, calculado según la relación 40 mL–V1. De este modo se definió con precisión el volumen de soluto (solución madre) y el volumen de solvente (agua destilada) necesarios para preparar 40 mL de cada disolución en el rango de 100 a 1000 ppm.

3.2.3 Medición densidad

Una vez se tienen las respectivas soluciones en sus distintas concentraciones, se realiza la medición de densidades de cada una. Para garantizar la homogeneidad de las muestras, todas se someten previamente a ultrasonido. La determinación de la densidad se efectuó utilizando una balanza analítica y un picnómetro de volumen estándar de 5.140 mL (Ver figura 10), junto con una micropipeta y las soluciones clasificadas según la sustancia y su concentración.

Figura 10.

Representación visual de un picnómetro y sus partes.



Nota. Fotografía propia editada para resaltar los componentes del picnómetro.

El picnómetro empleado cuenta con un tapón provisto de un capilar, lo que permite asegurar un volumen exacto. El procedimiento consiste en llenar el picnómetro ligeramente por encima de su capacidad nominal; al colocar el tapón sin ejercer presión, el exceso de líquido es expulsado a través del capilar, garantizando así que el volumen final corresponda exactamente a 5.140 mL.

El procedimiento experimental se desarrolló de la siguiente manera:

1. Se seleccionaron y verificaron los equipos necesarios, confirmando el volumen estándar del picnómetro (5.140 mL).
2. Se pesó el picnómetro vacío y seco en la balanza analítica, registrando este valor como peso inicial vacío (P_{iv}).
3. Con ayuda de una micropipeta, se transfirió al picnómetro la disolución cuya densidad se deseaba medir. Posteriormente, se colocó el tapón permitiendo que el exceso de fluido saliera libremente por el capilar.

4. Se limpiaron cuidadosamente las superficies externas del picnómetro para eliminar cualquier residuo de líquido y asegurar una medición precisa.
5. Se registró el peso final (Pf), correspondiente al picnómetro más la disolución.

Una vez determinada la masa del fluido, la densidad se calculó aplicando la relación:

$$\text{Densidad } (\rho) = \frac{m}{V}$$

Ecuación 5. Ecuación de densidad.

Donde m corresponde a la diferencia entre el peso final del picnómetro lleno y el peso inicial vacío, expresada como:

$$\text{Masa } (m) = Pf - Piv$$

Ecuación 6. Ecuación de la masa del fluido dentro del picnómetro.

y V Representa el volumen exacto del picnómetro utilizado en la medición, el cual es constante e igual a:

$$\text{Volumen } (V) = 5.140 \text{ mL}$$

Este procedimiento se repitió para cada sustancia y concentración, asegurando una limpieza del picnómetro entre mediciones. Para ello se empleó acetona, debido a su rápida evaporación, lo que permitió garantizar que el equipo estuviera completamente seco antes de cada

nueva medición. Asimismo, se verificó que el capilar del tapón permaneciera libre de la sustancia empleada previamente.

Una vez completado el proceso de pesaje para cada muestra, se aplicaron las ecuaciones correspondientes para las 30 disoluciones previamente preparadas, siguiendo el mismo procedimiento de cálculo en todos los casos. Los valores obtenidos fueron registrados y tabulados ya que este dato será utilizado en la fase posterior de evaluación de la tensión interfacial.

3.3 Evaluación de la Tensión Interfacial en Nanocelulosa y Surfactantes base.

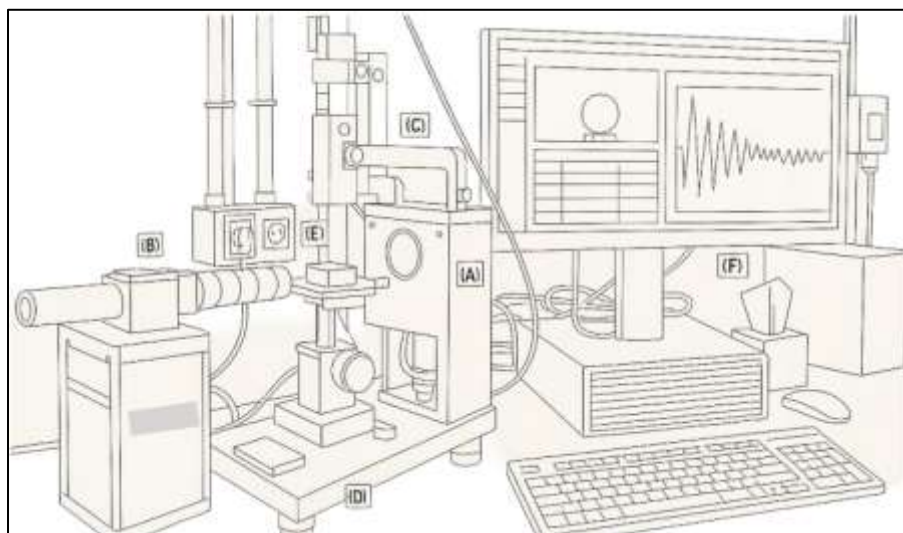
3.3.1 Calibración y montaje experimental equipo Gota colgante.

Previo al desarrollo de la fase experimental con los fluidos seleccionados, se llevó a cabo una revisión bibliográfica detallada sobre los equipos a emplear y sobre el comportamiento interfacial de los fluidos. Este análisis permitió establecer rangos de resultados esperados para cada fluido y sus respectivas concentraciones, con el fin de determinar el equipo más adecuado según las reducciones de tensión interfacial requeridas.

En el caso del equipo basado en el método de gota colgante, el primer paso consistió en comprender el principio físico bajo el cual rige su funcionamiento, tal como se describió en el marco teórico. Asimismo, se revisaron las características y componentes del sistema necesarios para su operación (Figura 11).

Figura 11.

Tensiómetro por gota colgante



Nota: Fotografía propia editada para resaltar las partes del equipo. Está dividido en: (A) Sistema de iluminación, (B) Sistema óptico, (C) Sistema de posicionamiento, (D) Celda de cuarzo, (E) Aguja dosificadora, (F) Monitor con software para mediciones. (Generada por IA, a partir de imagen propia).

Como primer paso, una vez realizado el montaje del equipo, es necesario establecer la relación entre la aguja dosificadora y el flujo del crudo durante el experimento. La selección de la aguja se define en función de la viscosidad del crudo al cual se le medirá la tensión interfacial (IFT), ya que este parámetro influye directamente en la formación y estabilidad de la gota colgante. Los parámetros iniciales que deben ser introducidos en el software de medición incluyen la viscosidad del crudo y las densidades de los fluidos involucrados, tanto la de la fase ambiental (fluido contenido en la celda) como la de la fase de goteo (fluido que atraviesa la aguja). Estos valores constituyen la información de entrada fundamental para el procesamiento de los datos y la entrega de resultados, ya que permiten al software realizar los cálculos necesarios para interpretar adecuadamente la forma de la gota.

Posteriormente, se procede a comprender el funcionamiento integral del sistema, incluyendo el manejo del equipo óptico, el ajuste de los lentes, el montaje del equipo y la prueba, así como la configuración del software encargado de calcular la tensión interfacial mediante análisis geométrico de la gota. En este software, el volumen de la gota a generar se establece manualmente, parámetro que se denomina dosificación. Una vez ejecutada la dosificación, el software captura las imágenes y calcula los valores de IFT, presentándose tanto de forma numérica como gráfica, evidenciando generalmente una disminución progresiva de la tensión interfacial con el tiempo hasta alcanzar una estabilización.

Una vez definidos los parámetros iniciales y comprendido el funcionamiento del sistema, se lleva a cabo el montaje experimental siguiendo el siguiente procedimiento en base al manual del equipo:

- Preparación del sistema

Antes de iniciar la medición, se debe verificar que el equipo esté en correcto funcionamiento, asegurando que la fuente de luz esté encendida, la cámara transmita imagen clara en el monitor y el software esté listo para adquirir datos. Posteriormente, se realiza la limpieza de la aguja y la celda para evitar contaminación que afecte los resultados. Finalmente, se preparan las fases del sistema: la fase continua (solución acuosa) se coloca en la celda y la fase dispersa (crudo) se carga en la jeringa e instala en el equipo, garantizando condiciones adecuadas para la formación de la gota.

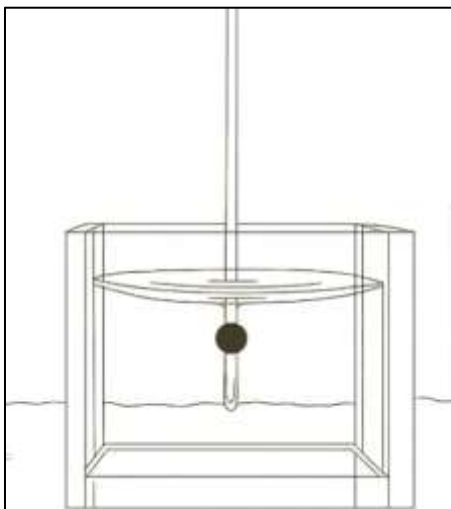
- Formación de la gota

La formación de la gota se realiza inyectando lentamente la fase dispersa hasta obtener una gota colgante estable (Ver figura 12). Es fundamental que la gota sea simétrica, permanezca adherida a la aguja y no presente vibraciones, ya que cualquier inestabilidad afecta directamente la precisión en la medición de la tensión interfacial.

Posteriormente, se ajusta el enfoque mediante el sistema óptico del equipo para visualizar claramente el contorno de la gota, asegurando una iluminación homogénea que permita un contraste nítido con el fondo. Finalmente, en el software se verifica que la silueta de la gota esté bien definida, para que el sistema pueda realizar un análisis de su forma y calcular correctamente la tensión interfacial.

Figura 12.

Gota colgante en celda de medición para tensión interfacial



Nota: Fotografía propia editada para resaltar la celda y la gota de petróleo formada durante la medición de la tensión interfacial.

- Medición de la tensión interfacial

El análisis de la tensión interfacial se realiza a partir de la forma de la gota obtenida, la cual es procesada por el software mediante la ecuación de Young–Laplace, que relaciona la curvatura de la gota con la diferencia de presión entre fases, considerando propiedades físicas como la densidad de los fluidos y el efecto de la gravedad. Para llevar a cabo el cálculo, es necesario ingresar previamente las densidades de la fase continua y de la fase dispersa. Una vez definidos estos parámetros, el software ajusta matemáticamente el perfil de la gota y genera de manera automática el valor de la tensión interfacial, expresado en mN/m.

Si los resultados obtenidos en el blanco coinciden con lo esperado, se considera validado el montaje experimental y se procede a las mediciones con los fluidos y concentraciones objetivo, de esta manera se garantiza que los cálculos de tensión interfacial se realicen con la mayor precisión posible, minimizando errores asociados a la parametrización del modelo geométrico utilizado por el equipo.

3.3.2 Calibración y montaje experimental equipo Gota Giratoria.

En el caso del equipo basado en el método de gota giratoria, el primer paso consistió en comprender el principio físico que rige su funcionamiento, el cual se fundamenta en el equilibrio entre las fuerzas centrífugas y las fuerzas interfaciales bajo condiciones de rotación. De igual manera, se revisaron las características y componentes del sistema necesarios para su adecuada operación, incluyendo el tubo capilar de medición, el sistema de rotación, la fuente de iluminación, el sistema óptico y el software de adquisición de datos.

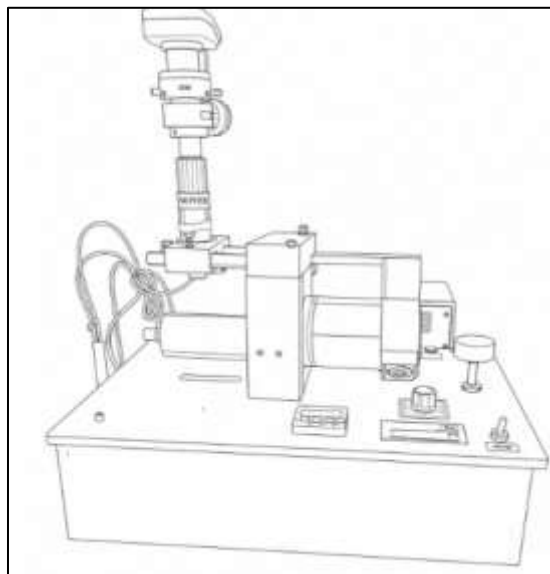
Inicialmente, una vez realizado el montaje del equipo (Ver figura 13), se procedió a preparar la celda capilar donde se introduce la fase continua, generalmente el fluido acuoso, y posteriormente se inyecta una pequeña cantidad de la fase dispersa (crudo), formando una gota dentro del capilar. A diferencia del método de gota colgante, en este caso la gota no se encuentra suspendida por gravedad, sino que es sometida a rotación a altas velocidades, generando una elongación de la gota debido a la acción de la fuerza centrífuga.

Los parámetros iniciales que deben ser introducidos en el software incluye principalmente las densidades de ambas fases y la velocidad de rotación del sistema, ya que estas variables son fundamentales para el cálculo de la tensión interfacial. El software procesa la forma elongada de la gota bajo condiciones de equilibrio dinámico y, a partir de modelos matemáticos específicos, determina el valor de la tensión interfacial.

Posteriormente, se procede al ajuste del sistema óptico para asegurar una visualización clara de la gota dentro del capilar, garantizando contraste adecuado y enfoque preciso. Durante la operación, la velocidad de rotación se incrementa de manera controlada hasta alcanzar una forma estable de la gota, condición necesaria para obtener mediciones confiables. El software registra la evolución de la forma de la gota y calcula la tensión interfacial, presentando los resultados tanto de manera numérica como gráfica.

Figura 13.

Equipo de gota giratoria para medición de tensión interfacial.



Nota: Fotografía propia editada para resaltar los componentes principales del equipo.

3.4 Selección de concentraciones óptimas.

La selección de las concentraciones óptimas para cada sistema se realizó a partir del análisis del comportamiento de la tensión interfacial en función de la concentración evaluada. Para ello, se consideraron los valores obtenidos experimentalmente y se determinó, en cada caso, la concentración que presentó la mayor eficiencia en la reducción de la tensión interfacial respecto al sistema blanco.

Adicionalmente, este proceso no se basó únicamente en el valor mínimo alcanzado, sino que incluyó el análisis de la tendencia del sistema, la estabilidad de los resultados y la relación entre el incremento de concentración y la mejora obtenida. De esta manera, se evitó seleccionar concentraciones en las que, al aumentar la concentración del fluido, no representará una mejora significativa en la eficiencia interfacial.

Este criterio permitió establecer condiciones representativas para cada sustancia, garantizando un balance entre desempeño experimental y viabilidad de aplicación, las cuales fueron posteriormente utilizadas en la etapa de funcionalización.

3.5 Determinación concentración micelar crítica

La evaluación de la concentración micelar crítica (CMC) de los surfactantes se realizó a partir del análisis de la variación de la tensión interfacial del sistema petróleo-agua en función de la concentración de surfactante. Para ello, se tomaron las soluciones de SDS y CTAB en diferentes concentraciones dentro del rango de 100 a 900 ppm, y posteriormente se determinaron los valores de tensión interfacial correspondientes mediante la metodología descrita previamente.

Los resultados obtenidos fueron representados gráficamente como tensión interfacial versus concentración de surfactante. El análisis de estas curvas se basó en el comportamiento característico asociado a la formación de micelas. A medida que aumenta la concentración, se espera que la interfase alcance una condición cercana a la saturación, momento a partir del cual incrementos adicionales de concentración producen cambios cada vez menores en la tensión interfacial debido al inicio de fenómenos de agregación micelar en la fase acuosa.

La identificación de una posible concentración micelar crítica se realizó mediante la observación de cambios en la pendiente de las curvas obtenidas y la presencia de regiones de estabilización o disminuciones menos pronunciadas de la tensión interfacial. Adicionalmente, los resultados experimentales fueron comparados con valores de CMC reportados en la literatura para cada surfactante, realizando la conversión de unidades cuando fue necesario para facilitar la interpretación de los resultados.

3.6 Funcionalización de nanocelulosa-surfactante y evaluar la reducción interfacial

3.6.1 Selección de concentraciones para funcionalización

Una vez evaluado el comportamiento interfacial de la nanocelulosa, el SDS y el CTAB de manera individual frente al crudo pesado, se procedió a seleccionar las concentraciones que serían empleadas en la etapa de funcionalización. Esta selección se realizó con base en los resultados obtenidos experimentalmente y en el criterio previamente establecido para la determinación de concentraciones óptimas.

La concentración óptima se definió como aquella que presentó la mayor reducción de tensión interfacial sin evidenciar mejoras significativas ante incrementos posteriores de concentración, criterio que permitió identificar condiciones de operación eficientes y evitar consumos innecesarios de material. De esta manera, la selección no se fundamentó exclusivamente en la obtención del menor valor de tensión interfacial, sino también en la relación entre el incremento de concentración y el beneficio interfacial alcanzado.

Bajo este criterio, las concentraciones seleccionadas corresponden a 300 ppm para la nanocelulosa, 700 ppm para el SDS y 300 ppm para el CTAB. En dichas condiciones se registraron tensiones interfaciales de 12,17 mN/m, 5,70 mN/m y 0,255 mN/m, respectivamente, representando los mejores desempeños experimentales observados para cada sistema dentro del rango de concentraciones evaluado.

Estas concentraciones fueron empleadas posteriormente en la preparación de los sistemas nanocelulosa–SDS y nanocelulosa–CTAB, con el propósito de evaluar si la interacción entre la nanocelulosa y los surfactantes permitía generar reducciones adicionales de la tensión interfacial respecto a las obtenidas por cada componente de manera individual.

3.6.2 Preparación de los sistemas nanocelulosa-SDS y nanocelulosa-CTAB

Una vez definidas las concentraciones óptimas de trabajo para cada sustancia, se procedió a la preparación de los sistemas nanocelulosa-CTAB y nanocelulosa-SDS. Debido al volumen requerido para esta etapa experimental, se prepararon nuevamente soluciones madre de nanocelulosa, CTAB y SDS siguiendo el procedimiento descrito previamente en la Sección 3.1.1.

Para ello, se utilizaron frascos Schott de 100 mL, preparando soluciones madre de 3000 ppm para la nanocelulosa y el CTAB, y de 7000 ppm para el SDS. Una vez preparadas, las dispersiones fueron sometidas a homogeneización mediante ultrasonido utilizando un equipo UP100H, empleando una intensidad moderada correspondiente a 0,5 ciclos y 20 % de amplitud durante tres minutos. Posteriormente, las soluciones se dejaron estabilizar durante aproximadamente tres minutos antes de iniciar el proceso de funcionalización.

La preparación de los sistemas funcionalizados se realizó en frascos Schott de 100 mL. Para el sistema Nanocelulosa + CTAB se emplearon 10 mL de solución madre de nanocelulosa, 10 mL de solución madre de CTAB y 80 mL de agua destilada, obteniendo una concentración final de 300 ppm para cada componente. De la misma manera, se preparó el sistema nanocelulosa + SDS utilizando 10 mL de solución madre de nanocelulosa, 10 mL de solución madre de SDS y 80 mL de agua destilada, obteniendo concentraciones finales de 300 ppm y 700 ppm para la nanocelulosa y el surfactante, respectivamente.

A continuación, se describe el procedimiento secuencial para la preparación de los sistemas, el cual consiste en una serie de etapas ordenadas de incorporación de los componentes, seguidas de un proceso de homogeneización. Este enfoque permite asegurar una adecuada dispersión de la nanocelulosa y favorecer su interacción con el surfactante en el medio acuoso.

1. Adición de la dispersión de nanocelulosa: Se incorporó inicialmente la dispersión de nanocelulosa en el recipiente de preparación, asegurando condiciones controladas de volumen y concentración.
2. Incorporación del surfactante: Posteriormente, se añadió el surfactante correspondiente, permitiendo su contacto directo con la fase dispersa de nanocelulosa.
3. Ajuste de volumen con agua destilada: Se completó el volumen final de preparación mediante la adición de agua destilada, garantizando la proporción establecida para cada sistema.
4. Proceso de homogeneización por ultrasonido: Una vez preparados, los sistemas fueron sometidos a ultrasonido bajo las mismas condiciones operativas empleadas en la preparación de las soluciones madre.
5. Interacción y estabilización del sistema: Este tratamiento permitió favorecer la interacción entre la superficie de la nanocelulosa y las moléculas de surfactante, promoviendo la estabilización del sistema.
6. Obtención de una dispersión homogénea: Finalmente, se aseguró una adecuada dispersión de todos los componentes, obteniendo sistemas uniformes para su posterior caracterización.

Durante la preparación se observó la formación inicial de pequeños aglomerados y espuma superficial, particularmente después de la incorporación de los surfactantes. Sin embargo, estos aglomerados disminuyeron progresivamente durante el proceso de ultrasonido, obteniéndose dispersiones visualmente homogéneas sin cambios apreciables de coloración.

Una vez finalizado el proceso de homogeneización, los sistemas funcionalizados fueron caracterizados mediante mediciones de densidad utilizando el método del picnómetro descrito previamente. Para esta etapa se empleó un picnómetro con volumen calibrado de 5,002 mL, obteniéndose densidades de 0,9906 g/mL para el sistema Nanocelulosa + CTAB y 0,9966 g/mL para el sistema nanocelulosa–SDS. Estos valores fueron posteriormente utilizados como parámetros de entrada en el software de análisis del tensiómetro, dado que la densidad constituye una variable fundamental para el cálculo de la tensión interfacial mediante los métodos ópticos empleados en esta investigación.

Finalmente, los sistemas preparados fueron acondicionados para su posterior evaluación interfacial, con el propósito de determinar el efecto de la funcionalización sobre la capacidad de reducción de la tensión interfacial frente al crudo pesado colombiano.

3.6.3 Evaluación de la tensión interfacial de los sistemas funcionalizados

La evaluación de la tensión interfacial de los sistemas Nanocelulosa + SDS y Nanocelulosa + CTAB se realizó una vez finalizada la etapa de preparación y transcurrido un periodo de acondicionamiento comprendido entre 30 y 60 minutos. Este tiempo de reposo permitió la estabilización de las dispersiones y favoreció el establecimiento de las interacciones entre la nanocelulosa y los surfactantes antes de la caracterización interfacial.

Las mediciones se llevaron a cabo mediante la técnica de gota giratoria, empleando como fase continua los sistemas funcionalizados y como fase dispersa el crudo pesado. Para esta etapa se utilizó un tensiómetro de la marca KRÜSS, el cual determina automáticamente la tensión interfacial a partir de la geometría de la gota en condiciones de rotación y de los parámetros físicos suministrados al software de adquisición y procesamiento de datos.

Previo a cada ensayo, se ingresaron al software las densidades correspondientes a las fases involucradas. Para los sistemas funcionalizados se utilizaron los valores obtenidos mediante el método d descrito previamente, correspondiendo a 0,9906 g/mL para el sistema Nanocelulosa + CTAB y 0,9966 g/mL para el sistema nanocelulosa–SDS. Estos parámetros constituyen variables fundamentales para el cálculo de la tensión interfacial y permiten una adecuada representación de las condiciones experimentales durante la medición.

Para el sistema Nanocelulosa + SDS, las mediciones se realizaron durante aproximadamente veinte minutos, registrando de manera continua la evolución de la tensión interfacial hasta alcanzar condiciones de estabilidad. Debido a que la temperatura del sistema aumentó progresivamente durante el ensayo, únicamente se consideraron para el análisis los datos obtenidos una vez alcanzada la temperatura objetivo de yacimiento (52 °C), garantizando que los resultados fueran representativos de las condiciones térmicas del yacimiento estudiado.

Por su parte, el sistema Nanocelulosa + CTAB fue evaluado durante el incremento gradual de la temperatura, registrando simultáneamente la evolución de la tensión interfacial y las variaciones térmicas del sistema. Este procedimiento permitió obtener información sobre el comportamiento interfacial del sistema funcionalizado bajo diferentes condiciones de temperatura hasta aproximarse a la temperatura de yacimiento.

Los valores reportados para cada sistema corresponden a las condiciones en las que la gota alcanzó un comportamiento estable y las variaciones de tensión interfacial presentaron una tendencia consistente, permitiendo representar adecuadamente el desempeño interfacial de cada formulación.

Finalmente, los resultados obtenidos para los sistemas Nanocelulosa + SDS y Nanocelulosa + CTAB fueron comparados con los valores previamente determinados para la nanocelulosa, el

SDS y el CTAB evaluados individualmente. Esta comparación permitió establecer el efecto de la incorporación de surfactantes sobre el comportamiento interfacial de la nanocelulosa e identificar los sistemas con mayor potencial para aplicaciones de recuperación mejorada de petróleo, donde la reducción de las fuerzas capilares constituye un mecanismo fundamental para incrementar la movilización del crudo atrapado en el medio poroso.

3.7 Caracterización de materiales

La caracterización de los materiales funcionalizados se realizó mediante las técnicas de dispersión dinámica de luz (DLS), medición de potencial Z con ayuda del equipo Zetasizer Nano Series y la evaluación por otro lado de la espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), con el objetivo de evaluar el tamaño hidrodinámico de las partículas de nanocelulosa, su distribución, las interacciones con los surfactantes y la estabilidad coloidal de las dispersiones obtenidas.

3.7.1 Potencial Z

La determinación del potencial Z se utilizó para evaluar la carga superficial de las partículas de nanocelulosa funcionalizadas con surfactantes y su estabilidad coloidal en dispersión. Esta técnica se basa en la medición del movimiento de las partículas bajo la aplicación de un campo eléctrico, donde la velocidad de desplazamiento depende de su carga y de las propiedades del medio. A partir de esta movilidad electroforética, el equipo calcula el potencial Z, el cual se emplea como un indicador indirecto de estabilidad: valores altos, tanto positivos como negativos, sugieren mayor repulsión entre partículas y mayor estabilidad, mientras que valores cercanos a cero indican tendencia a la agregación. En este contexto, la presencia de surfactantes modifica la carga

superficial de la nanocelulosa debido a procesos de adsorción e interacciones electrostáticas, permitiendo evaluar su efecto en la estabilidad del sistema, especialmente en dispersiones o emulsiones donde se requiere un comportamiento coloidal estable.

La muestra de nanocelulosa funcionalizada con surfactante se introdujo en la celda de medición evitando la formación de burbujas y asegurando que el volumen fuera suficiente para cubrir completamente los electrodos. Posteriormente, la celda se colocó en el equipo, verificando su correcta posición para garantizar una medición precisa. En el software se configuraron los parámetros del análisis, incluyendo el tipo de dispersante, las propiedades del medio, la temperatura (aproximadamente 25 °C) y el número de corridas. Antes de iniciar la medición, se permitió que la muestra alcanzara el equilibrio térmico dentro del equipo. Durante el análisis, se aplicó un campo eléctrico que indujo el movimiento de las partículas en función de su carga superficial, permitiendo medir su movilidad electroforética. A partir de esta medición, el equipo calculó el potencial Z, el cual se utilizó para evaluar la estabilidad coloidal del sistema y el efecto de la funcionalización con el surfactante.

Los valores obtenidos permitieron analizar la estabilidad de las dispersiones, considerando que magnitudes altas de potencial Z (positivas o negativas) indican una mayor repulsión entre partículas y, por lo tanto, una mejor estabilidad coloidal, mientras que valores cercanos a cero sugieren una mayor tendencia a la agregación. Todas las mediciones se realizaron por triplicado y los resultados se reportaron como promedio $\pm$ desviación estándar.

3.7.2 *Dispersión DLS*

El análisis mediante dispersión dinámica de luz (DLS) se empleó para determinar la distribución de tamaño de las partículas de nanocelulosa en las dispersiones con surfactantes. Esta técnica se basa en la medición del movimiento browniano de las partículas, el cual corresponde al movimiento aleatorio que presentan debido a las colisiones constantes con las moléculas del medio líquido. En este contexto, se sabe que las partículas pequeñas se mueven más rápidamente en el líquido, mientras que las partículas de mayor tamaño lo hacen de forma más lenta. Este movimiento es continuo, por lo que el equipo analiza cambios en la posición de las partículas en intervalos de tiempo muy cortos; si la variación de posición es mínima, se asocia a partículas grandes, mientras que desplazamientos significativos indican partículas más pequeñas. A partir de esta relación entre la velocidad de difusión y el tamaño, el equipo (Zetasizer) calcula el diámetro de partícula, definiéndolo como el de una esfera equivalente que se difunde a la misma velocidad que la partícula analizada.

Para garantizar una medición adecuada, las muestras previamente preparadas fueron sometidas a un proceso de ultrasonido con el fin de eliminar burbujas de aire, realizando este procedimiento con precaución para evitar posibles daños en las partículas. Este tratamiento permitió lograr una mejor dispersión del sistema y disminuir la presencia de agregados, asegurando así que los resultados obtenidos fueran más representativos del comportamiento real de la muestra.

Una vez preparada la nanocelulosa funcionalizada con surfactante para la medición, la celda se colocó en el compartimiento del equipo de DLS, asegurándose de que quedara correctamente posicionada para evitar errores en la medición. Posteriormente, se configuraron los

parámetros en el software, considerando las propiedades del sistema, tales como el uso de agua como dispersante y el índice de refracción correspondiente a la nanocelulosa funcionalizada, además de establecer la temperatura de análisis (aproximadamente 25 °C) y el número de corridas. Durante el análisis, el equipo registró las fluctuaciones de la luz dispersada generadas por el movimiento browniano de las partículas, las cuales pueden verse influenciadas por la presencia del surfactante, ya que este modifica la interacción entre las fibras de nanocelulosa y su grado de dispersión. A partir de estos datos, se obtuvo, la distribución de tamaños, permitiendo evaluar el efecto de la funcionalización en la estabilidad y organización del sistema. Finalmente, las mediciones se realizaron por triplicado y los resultados se reportaron como promedio $\pm$ desviación estándar, garantizando así la reproducibilidad y confiabilidad de la caracterización.

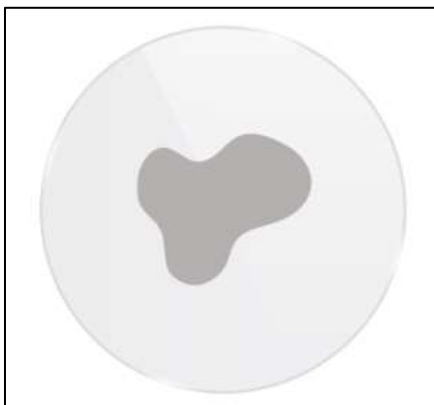
3.7.3 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

Las muestras de nanocelulosa funcionalizada con CTAB, previamente en estado líquido, fueron preparadas mediante la deposición de aproximadamente 2 mL de suspensión sobre vidrio reloj, posteriormente, las muestras fueron secadas en horno a 50 °C durante 2 horas, con el objetivo de eliminar el contenido de agua y obtener el material en estado sólido. La temperatura de secado se seleccionó debido a que se encuentra por debajo de la temperatura de degradación reportada para la nanocelulosa, evitando así posibles alteraciones estructurales del material.

Una vez finalizado el secado, el residuo sólido fue cuidadosamente recolectado mediante raspado del vidrio reloj (Ver Figura 14) y trasladado al laboratorio de espectroscopía.

Figura 14.

Muestra seca para equipo FTIR.



Nota. Fotografía propia del proceso de secado de la muestra previo al análisis FTIR.

El análisis FTIR se realizó mediante la técnica de Reflectancia Total Atenuada (ATR), utilizando un espectrómetro infrarrojo equipado con cristal de diamante. La muestra seca se colocó directamente sobre el cristal ATR, asegurando el contacto adecuado mediante presión, para la adquisición del espectro infrarrojo en el rango característico de los grupos funcionales presentes.

4. Análisis de resultados

4.1 Evaluación comparativa del comportamiento interfacial y determinación de concentraciones óptimas en sistemas puros (Agua Destilada, Nanocelulosa, SDS Y CTAB)

En esta sección se presentan los resultados correspondientes al segundo objetivo específico de la investigación, orientado a evaluar la reducción de la tensión interfacial (IFT) de las diferentes soluciones mediante los tensiómetros de gota colgante y gota giratoria. Para ello, se analiza el comportamiento interfacial de la nanocelulosa, los surfactantes SDS y CTAB, así como de los sistemas funcionalizados, estableciendo comparaciones entre las condiciones previas y posteriores a la funcionalización.

En esta primera etapa se evaluó el comportamiento interfacial de sistemas acuosos individuales frente a un crudo pesado de un campo colombiano (22 °API), considerando la nanocelulosa sin funcionalizar (CNC) y los surfactantes iónicos SDS y CTAB.

Como punto de referencia, se utilizó el sistema crudo-agua destilada, el cual presentó una tensión interfacial de 32 mN/m, valor característico de sistemas sin agentes tensioactivos y representativo de la alta energía interfacial existente entre ambas fases. Este valor se estableció como línea base para analizar la capacidad de cada sistema de modificar la interfase crudo-agua.

A partir de los resultados obtenidos, se evidenció que todos los sistemas evaluados generan una disminución de la tensión interfacial en comparación con el sistema blanco. No obstante, la magnitud y el comportamiento de dicha reducción varían significativamente entre ellos, lo cual permite mencionar que la efectividad en la reducción de la tensión interfacial está fuertemente determinada por la naturaleza química, la estructura molecular y el tipo de interacción que cada material establece en la interfase. En este sentido, las diferencias observadas no pueden atribuirse exclusivamente a la concentración de los sistemas evaluados, sino también a fenómenos de

adsorción y organización molecular en la interfase aceite–agua. La eficiencia en la reducción de la tensión interfacial depende de la capacidad de los componentes activos para adsorberse y reorganizarse en la interfase, así como de su posible interacción con compuestos superficialmente activos presentes en el crudo, tales como resinas y asfaltenos. En conjunto, estos fenómenos influyen directamente sobre el desempeño interfacial de cada formulación y sobre su capacidad para reducir la tensión interfacial, tal como ha sido reportado en estudios sobre mecanismos de desplazamiento y recuperación química mejorada mediante surfactantes (Kamal et al., 2017)

4.1.1 Comportamiento de la tensión interfacial del sistema en presencia de Nanocelulosa (CNC).

La nanocelulosa presentó valores de tensión interfacial inferiores al blanco en todo el rango evaluado. Esto indica que, aún sin funcionalizar, la nanocelulosa tiene cierta capacidad para modificar la interfase crudo-agua.

Los valores registrados se ubicaron aproximadamente entre 20,46 y 26,19 mN/m, frente a los 32 mN/m del sistema crudo/agua destilada. Esto demuestra que la nanocelulosa no actúa como un material completamente inerte en la interfase, sino que puede contribuir a disminuir la tensión interfacial.

No obstante, su comportamiento no fue lineal con la concentración. Inicialmente se observó una disminución de la IFT, pero posteriormente los valores aumentaron y se mantuvieron alrededor de 22-24 mN/m en varias concentraciones.

Desde el punto de vista interfacial, este comportamiento puede interpretarse como una actividad moderada de la nanocelulosa. Es decir, la nanocelulosa puede participar en la reducción

de la tensión interfacial, pero su capacidad de reducción es limitada en comparación con los surfactantes libres evaluados.

Tabla 1.

Tensión Interfacial de la Nanocelulosa en distintas concentraciones

Concentración (ppm)	IFT promedio (mN/m)
100	26,19
200	20,45
300	20,44
400	22,05
500	23,17
600	24,13
700	23,29
800	22,54
900	22,59
1000	22,42

Nota. Resultados experimentales obtenidos.

La determinación de la concentración óptima de la nanocelulosa en estado no funcionalizado se realizó a partir del análisis de la variación de la tensión interfacial en función de la concentración. A diferencia de los sistemas con surfactantes, la nanocelulosa no mostró una tendencia clara de disminución progresiva de la IFT, evidenciando fluctuaciones a lo largo del rango evaluado. Sin embargo, se identificó que a una concentración de 300 ppm se alcanzó el valor

más bajo de tensión interfacial (20,44 mN/m), representando la mayor reducción obtenida para este sistema.

La selección de esta concentración como óptima se fundamenta en el criterio de máxima eficiencia interfacial relativa, es decir, el punto en el cual la nanocelulosa logra su mayor capacidad de interacción con la interfase crudo-agua dentro de sus limitaciones intrínsecas como material no tensioactivo. A concentraciones inferiores (100 ppm), la reducción de la IFT es menos significativa, lo que indica una cantidad insuficiente de material para generar un efecto apreciable en la interfase. A concentraciones elevadas, la disminución de la eficiencia interfacial podría estar relacionada con una menor disponibilidad de nanopartículas en la interfase o con interacciones partícula-partícula que favorezcan la formación de agregados, comportamiento reportado previamente para sistemas de nanocelulosa en medios complejos (Aadland et al., 2018)

En este sentido, la concentración de 300 ppm representa un punto de equilibrio donde la nanocelulosa alcanza su máxima contribución interfacial bajo condiciones sin funcionalización. No obstante, el valor de IFT obtenido en este punto sigue siendo considerablemente alto en comparación con los sistemas con surfactantes, lo que confirma que la nanocelulosa, en su estado puro, no actúa como un agente reductor eficaz de la tensión interfacial. Este comportamiento refuerza la necesidad de su modificación o funcionalización, con el fin de potenciar sus propiedades interfaciales y aprovechar su estructura como soporte en sistemas más complejos.

4.1.2 Comportamiento de la tensión interfacial del sistema en presencia de Dodecil Sulfato de Sodio (SDS).

El SDS presentó una disminución más pronunciada de la tensión interfacial en comparación con la nanocelulosa. Sus valores pasaron de aproximadamente 15,10 mN/m en las

concentraciones iniciales hasta valores cercanos a 3,73 mN/m en las concentraciones más altas evaluadas.

A diferencia de la nanocelulosa, el SDS mostró una tendencia más claramente descendente. Este comportamiento es consistente con su naturaleza como surfactante aniónico, ya que su estructura anfifílica le permite adsorberse en la interfase crudo-agua, orientando su cadena hidrocarbonada hacia la fase oleosa mientras que su grupo sulfato permanece en la fase acuosa. Esta disposición reduce la energía libre interfacial y favorece la disminución de la tensión interfacial observada experimentalmente (Rosen y Kunjappu, 2012)

La disminución progresiva de la IFT indica que el SDS presenta una mayor capacidad de adsorción interfacial que la nanocelulosa sin modificar. Sin embargo, su reducción ocurre de manera gradual (Ver tabla 2), lo que sugiere que el efecto interfacial depende directamente de la cantidad de surfactante disponible para migrar, absorberse y organizarse en la interfase.

Tabla 2.

Tensión Interfacial del Dodecil Sulfato de Sodio en distintas concentraciones.

Concentración (ppm)	IFT promedio (mN/m)
100 ppm	15,10
200 ppm	11,12
300 ppm	10,11
400 ppm	11,18
500 ppm	8,34
600 ppm	6,81
700 ppm	5,70

800 ppm	4,59
900 ppm	3,73
1000 ppm	—

Nota. Resultados experimentales obtenidos.

La selección de la concentración óptima de SDS se realizó considerando no únicamente el valor mínimo de tensión interfacial alcanzado, sino también criterios de eficiencia operativa y aplicabilidad a escala de campo. Aunque la concentración de 900 ppm presentó la mayor reducción de la IFT (3,73 mN/m), se decidió seleccionar 700 ppm como concentración óptima, donde se obtuvo una tensión interfacial de 5,7 mN/m.

Esta decisión se fundamenta en que la diferencia en la reducción de la IFT entre ambas concentraciones no es significativamente amplia en términos de desempeño interfacial, lo que indica un comportamiento cercano a la saturación de la interfase. En este sentido, el incremento de 700 a 900 ppm no representa una mejora proporcional en la eficiencia del sistema.

Adicionalmente, desde un enfoque aplicado a procesos de recobro mejorado, el uso de concentraciones más elevadas de surfactante implica un aumento considerable en el requerimiento de material, lo cual impacta directamente los costos operacionales y la viabilidad técnica del proceso. Por lo tanto, la selección de 700 ppm responde a un criterio de optimización que busca maximizar la eficiencia de reducción de la tensión interfacial con el menor consumo posible de reactivos.

En consecuencia, esta concentración representa un equilibrio adecuado entre desempeño interfacial y viabilidad a escala de campo, siendo más representativa de condiciones reales de

aplicación en comparación con concentraciones más altas que, aunque ligeramente más eficientes, no generan un impacto proporcional frente al incremento en el uso de surfactante.

4.1.3 Comportamiento de la tensión interfacial del sistema en presencia de Bromuro de Cetiltrimetilamonio (CTAB).

El CTAB presentó los valores más bajos de tensión interfacial entre los tres sistemas evaluados. Incluso desde las concentraciones iniciales, la IFT disminuyó de forma marcada, alcanzando valores cercanos o inferiores a 1 mN/m.

Este comportamiento evidencia una alta eficiencia interfacial del CTAB frente al crudo pesado evaluado. Su carácter catiónico, asociado a la presencia de una cabeza de amonio cuaternario cargada positivamente y una cadena hidrocarbonada C16, puede favorecer una orientación eficiente en la interfase crudo/agua.

Además, en comparación con el SDS, el CTAB mostró una reducción mucho más intensa desde bajas concentraciones (Ver tabla 3). La diferencia observada entre CTAB y SDS puede estar asociada a variaciones en los mecanismos de adsorción interfacial y en la organización de la película interfacial en sistemas crudo-agua, donde la presencia de especies polares del crudo influye significativamente en el comportamiento del sistema (Agista et al., 2018).

Tabla 3.*Tensión Interfacial del Bromuro de cetiltrimetilamonio en distintas concentraciones*

Concentración (ppm)	IFT promedio (mN/m)
100	-
200	1,50
300	0,22
400	0,25
500	0,26
600	0,34
700	-
800	0,46
900	-
1000	-

Nota. Resultados experimentales obtenidos.

La selección de la concentración óptima de CTAB se realizó considerando el punto de máxima eficiencia en la reducción de la tensión interfacial, así como el comportamiento del sistema en función de la concentración. A partir de los resultados obtenidos, se identificó que a 300 ppm se alcanza el valor mínimo de tensión interfacial (0,22 mN/m), indicando una alta eficiencia del surfactante en la modificación de la interfase crudo-agua incluso a bajas concentraciones.

Este comportamiento sugiere que el CTAB presenta una adsorción interfacial significativa en el sistema crudo-agua, lo cual está asociado con la formación de una película interfacial

enriquecida en surfactante y especies polares del crudo. En sistemas de EOR se ha reportado que la reducción de la tensión interfacial depende de la adsorción del surfactante en la interfase y de la reorganización de los componentes interfaciales, generando estructuras que controlan la energía interfacial del sistema (Agista et al., 2018; Druetta & Picchioni, 2020). Al incrementar la concentración por encima de este valor, no se observa una mejora adicional en la reducción de la tensión interfacial; por el contrario, se evidencia una ligera tendencia al incremento de la IFT, lo cual indica que el sistema ha alcanzado la saturación interfacial y el exceso de surfactante tiende a permanecer en el volumen en forma de micelas, sin contribuir significativamente a la disminución de la energía interfacial.

4.1.4 Comparación del desempeño en la reducción de la tensión interfacial de los sistemas SDS, CTAB y Nanocelulosa.

La comparación del desempeño interfacial de los sistemas SDS, CTAB y nanocelulosa permite evaluar de manera integral la eficiencia de cada uno en la reducción de la tensión interfacial del sistema crudo-agua. A partir de los valores obtenidos para cada concentración óptima, es posible analizar las diferencias en la magnitud de reducción de la IFT, así como identificar tendencias asociadas a la naturaleza química de cada sistema. Este enfoque comparativo facilita la interpretación de los resultados experimentales y permite establecer la efectividad relativa de cada componente en términos de su capacidad para modificar la interfase.

A partir de esta comparación, se evidencia que los surfactantes libres fueron más efectivos que la nanocelulosa sin funcionalizar para reducir la tensión interfacial. Entre ellos, el CTAB presentó la mayor reducción, seguido por el SDS. La nanocelulosa, aunque también generó una

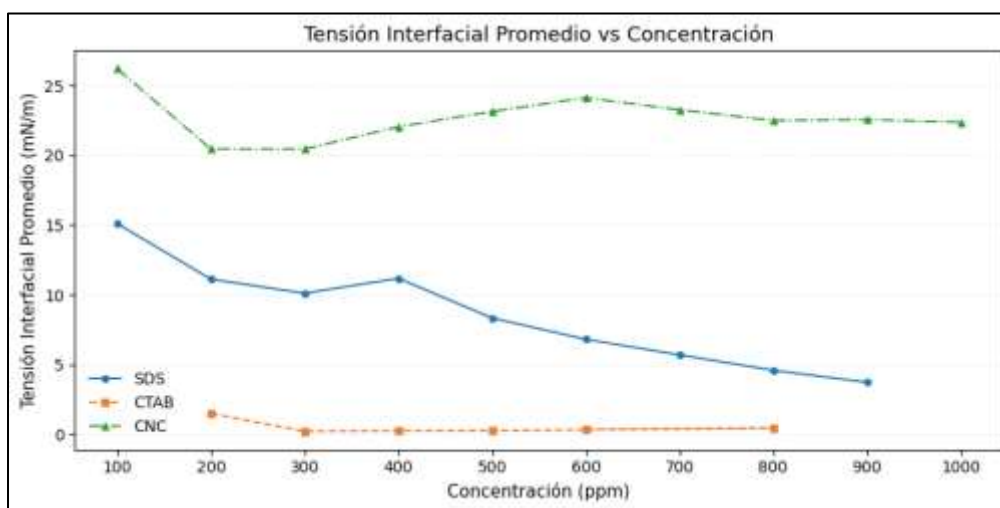
reducción en la tensión interfacial, tuvo un efecto menos pronunciado y más variable. El orden general de reducción de tensión interfacial observado fue:

$$\text{CTAB} > \text{SDS} > \text{nanocelulosa}$$

Este resultado permite establecer una diferenciación entre los sistemas evaluados en función de su comportamiento interfacial en el sistema crudo-agua. Los surfactantes iónicos evaluados (SDS y CTAB) presentan una mayor capacidad de adsorción en la interfase y reorganización de las especies interfaciales. En contraste, la nanocelulosa presenta un comportamiento interfacial distinto, caracterizado por su capacidad limitada de reducción directa de la tensión interfacial, aunque se ha reportado su participación en fenómenos de estabilización y modificación estructural de interfaces en sistemas complejos.

Figura 15.

Variación de la tensión interfacial con la concentración para SDS, CTAB y CNC



Nota. Tensión interfacial del crudo pesado a diferentes concentraciones de SDS, CTAB y CNC.

A partir de los resultados obtenidos, la Figura 15 evidencia diferencias marcadas en el comportamiento de la tensión interfacial para los sistemas evaluados, correspondientes a nanocelulosa (verde), SDS (azul) y CTAB (naranja), en función de la concentración.

En el caso de la nanocelulosa, se observa que los valores de tensión interfacial se mantienen elevados a lo largo de todo el rango de concentración, con una ligera disminución inicial entre 100 y 300 ppm, seguida de un comportamiento fluctuante sin una tendencia clara de reducción. Posteriormente, la IFT tiende a incrementarse y estabilizarse en un rango cercano a 22–24 mN/m a concentraciones superiores. El comportamiento observado de la nanocelulosa en términos de tensión interfacial puede atribuirse a su naturaleza altamente hidrofílica y a la ausencia de carácter anfifílico típico de los surfactantes convencionales. En la literatura se ha reportado que la nanocelulosa no actúa principalmente como agente reductor de tensión interfacial en sistemas de EOR, sino que su desempeño está asociado a fenómenos de interacción estructural y retención en medios porosos, lo cual limita su contribución directa a la reducción de la energía interfacial (Combariza & Martínez-Ramírez, 2021; Aadland et al., 2018)

Por otro lado, el sistema con SDS presenta una tendencia general decreciente en la tensión interfacial con el aumento de la concentración, lo cual es consistente con el comportamiento reportado para surfactantes aniónicos en sistemas crudo–agua, donde la reducción de la tensión interfacial está gobernada por la adsorción progresiva de moléculas de surfactante en la interfase y la disminución de la energía interfacial del sistema (Agista et al., 2018). Inicialmente, se evidencia una reducción significativa hasta aproximadamente 300 ppm, seguida de una ligera fluctuación alrededor de 400 ppm, donde se observa un incremento temporal en la IFT. Este tipo

de comportamiento puede presentarse en sistemas complejos de EOR debido a su naturaleza multifásica y al equilibrio dinámico entre adsorción interfacial y especies en fase volumétrica (Druetta & Picchioni, 2020). No obstante, no puede descartarse que esta variación puntual esté asociada a la incertidumbre experimental a la medición de tensión interfacial en sistemas crudo-agua, donde pequeñas variaciones pueden surgir por condiciones de estabilización de la gota, heterogeneidad del crudo o sensibilidad del método de medición. A partir de concentraciones superiores, el sistema retoma una tendencia descendente sostenida, alcanzando valores cercanos a 4 mN/m en las concentraciones más altas evaluadas. Este comportamiento sugiere que el SDS logra una reducción progresiva de la tensión interfacial en el sistema estudiado, aunque su eficiencia depende de la concentración requerida para alcanzar valores bajos de IFT, lo cual es consistente con la dependencia del proceso de adsorción interfacial en surfactantes aniónicos.

En contraste, el sistema con CTAB exhibe una reducción pronunciada de la tensión interfacial a bajas concentraciones, alcanzando valores mínimos cercanos a 0,22 mN/m en el rango aproximado de 200–300 ppm. Este comportamiento es consistente con la alta eficiencia interfacial de los surfactantes en sistemas crudo-agua, donde la disminución de la tensión interfacial está controlada por procesos de adsorción progresiva de moléculas en la interfase y la reducción de la energía interfacial del sistema (Agista et al., 2018).

A partir de este rango de concentración, la curva tiende a estabilizarse con ligeras variaciones, lo cual es indicativo de la aproximación a un régimen de saturación interfacial, en el que la superficie se encuentra ampliamente ocupada por moléculas de surfactante y la ganancia adicional en reducción de tensión interfacial disminuye progresivamente. En este régimen, el surfactante remanente en solución se distribuye entre la fase acuosa y estructuras de agregación

tipo micelar, reduciendo la fracción de moléculas disponibles para adsorción interfacial (Druetta & Picchioni, 2020; Agista et al., 2018).

El comportamiento más eficiente del CTAB en comparación con el sistema aniónico evaluado puede asociarse, de manera general, a su naturaleza catiónica, la cual puede favorecer interacciones electrostáticas con especies polares o cargadas presentes en el crudo, facilitando una adsorción interfacial más rápida y una organización más compacta en la interfase. No obstante, esta interpretación debe considerarse dependiente del sistema crudo-agua y de las condiciones experimentales, dado que el desempeño de los surfactantes en EOR está fuertemente influenciado por fenómenos de adsorción competitiva y equilibrio interfacial (Wang et al., 2022)

En conjunto, las tendencias observadas permiten establecer una clara jerarquía en el desempeño interfacial de los sistemas evaluados, donde el CTAB presenta la mayor eficiencia en la reducción de la tensión interfacial, seguido por el SDS con un comportamiento progresivo, mientras que la nanocelulosa muestra una capacidad limitada para modificar la interfase. Estos resultados no solo evidencian la influencia de la naturaleza química de cada sistema, sino que también sustentan la necesidad de funcionalizar la nanocelulosa para mejorar su interacción interfacial y aprovechar su potencial en aplicaciones de recobro mejorado.

4.1.5 Determinación y justificación de concentraciones óptimas para la funcionalización en función de la reducción de la tensión interfacial.

La presente sección da respuesta al tercer objetivo específico de la investigación, correspondiente a la identificación de las concentraciones óptimas de nanocelulosa y surfactantes para lograr la mayor reducción de la tensión interfacial. Para ello, se analizan comparativamente

los resultados obtenidos en las diferentes formulaciones evaluadas, justificando la selección de las concentraciones que presentaron el mejor desempeño en la disminución de la tensión interfacial.

Con el fin de establecer un criterio cuantitativo para la selección de las concentraciones óptimas, se evaluó la reducción porcentual de la tensión interfacial (IFT) para todas las concentraciones analizadas en cada sistema, tomando como referencia el valor del sistema blanco (32 mN/m).

La reducción porcentual se calculó mediante la relación:

$$\%Reducción = \frac{(IFT_{blanco} - IFT_{sistema})}{IFT_{blanco}} * 100$$

Ecuación 7. Reducción porcentual para cada sistema.

A partir de la aplicación de esta ecuación a los valores obtenidos experimentalmente, se determinaron las concentraciones óptimas para cada sistema, las cuales se resumen en la Tabla 4.

Tabla 4.

Concentración óptima para reducción de la tensión interfacial de cada sistema.

Sistema	Concentración (ppm)	IFT (mN/m)	Reducción (%)
Blanco	—	32,00	0,00
CTAB	300	0,22	99,31
SDS	700	5,70	82,19
Nanocelulosa	300	20,44	36,13

Nota. Resultados experimentales obtenidos.

Los resultados evidencian que el CTAB presenta la mayor eficiencia interfacial, alcanzando una reducción del 99,31%, lo cual indica una disminución casi total de la tensión interfacial respecto al sistema base. Este comportamiento confirma que, a la concentración seleccionada (300 ppm), el surfactante logra una saturación efectiva de la interfase, optimizando su capacidad de absorción y organización molecular.

En el caso del SDS, se obtuvo una reducción del 82,19%, lo que representa un desempeño significativo, aunque inferior al CTAB. La selección de 700 ppm como concentración óptima responde a que, si bien existen valores ligeramente menores de IFT a concentraciones superiores, la mejora porcentual no es suficientemente representativa frente al incremento en el consumo de surfactante. Esto evidencia un comportamiento cercano a la saturación interfacial, donde aumentos adicionales en concentración no generan mejoras proporcionales en la eficiencia.

Por otro lado, la nanocelulosa en estado puro alcanza una reducción del 36,13%, considerablemente menor en comparación con los surfactantes. Aunque la concentración de 300 ppm corresponde al punto de mayor eficiencia dentro de su comportamiento, la magnitud de la reducción confirma su limitada capacidad para actuar como agente tensioactivo. La diferencia de más del 60% respecto al CTAB y alrededor del 46% frente al SDS resalta la baja eficiencia interfacial de la nanocelulosa sin modificar.

4.2 Determinación de la concentración micelar crítica de los surfactantes (SDS y CTAB)

Las siguientes secciones da respuesta al cuarto objetivo específico de la investigación, orientado a determinar la concentración micelar crítica (CMC) de los surfactantes en presencia de

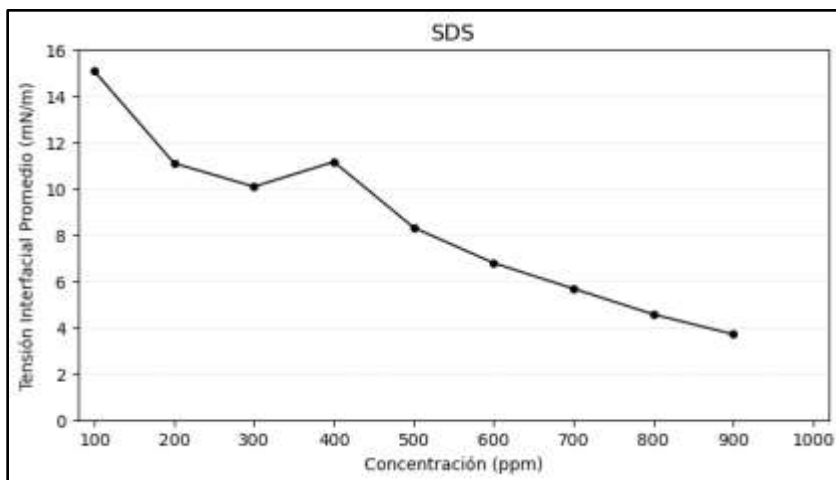
la nanocelulosa, así como evaluar el comportamiento reológico de los sistemas estudiados. Para ello, se presentan los resultados obtenidos a partir del análisis de las propiedades de las soluciones, permitiendo establecer el efecto de la incorporación de nanocelulosa sobre el comportamiento de los surfactantes SDS y CTAB, así como su capacidad de interacción dentro del sistema.

4.2.1 Evaluación de la concentración micelar crítica del SDS

Con el propósito de evaluar la influencia de la concentración sobre el comportamiento interfacial del surfactante SDS, se realizaron mediciones de tensión interfacial frente al crudo pesado para concentraciones comprendidas entre 100 y 900 ppm. La Figura 15 muestra una disminución progresiva de la tensión interfacial a medida que aumenta la concentración de SDS, pasando de 15.10 mN/m a 3.73 mN/m dentro del intervalo evaluado. Aunque se observan ligeras fluctuaciones experimentales con ligeros aumentos en la tensión interfacial, la tendencia general de la gráfica evidencia la caída continua de la actividad interfacial del surfactante. No obstante, no se identifica una región de estabilización claramente definida que permita asociar experimentalmente una concentración específica con la concentración micelar crítica.

Figura 16.

Representación gráfica de la Tensión Interfacial del SDS vs concentración



Nota. Resultados experimentales obtenidos.

Este comportamiento resulta consistente con lo reportado para sistemas petróleo–agua tratados con surfactantes aniónicos, donde la reducción de la tensión interfacial se encuentra gobernada por la adsorción progresiva de moléculas en la interfase. De acuerdo con Rosen y Kunjappu (2012), una vez alcanzada la saturación interfacial, incrementos adicionales de concentración producen cambios marginales en la tensión interfacial debido a la formación de agregados en la fase acuosa. Sin embargo, la ausencia de una región de estabilización en la presente investigación sugiere que el intervalo de concentraciones evaluado no es suficiente para determinar un cambio de pendiente abrupto.

Desde la perspectiva de la concentración micelar crítica (CMC), diversos estudios han reportado valores relativamente consistentes para el SDS cuando esta propiedad es determinada mediante técnicas experimentales como tensión superficial y conductividad eléctrica. Woolfrey et al. (1986) reportaron valores comprendidos entre 8,67 y 8,88 mM, mientras que Rosen y Kunjappu (2012) indican valores cercanos a 8,2 mM para soluciones acuosas diluidas. En estos trabajos, la concentración se expresa en milimoles por litro (mM), unidad que representa la cantidad de moles de surfactante presentes por litro de solución. Por su parte, en la presente investigación las concentraciones fueron expresadas en partes por millón (ppm), unidad basada en la masa de surfactante presente en el sistema. Considerando la masa molar del SDS (288,38 g/mol), los valores de CMC reportados en la literatura corresponden aproximadamente a un intervalo entre 2400 y 2600 ppm.

La comparación entre estos valores y las concentraciones evaluadas experimentalmente permite contextualizar el comportamiento observado en la curva de tensión interfacial. Nuestra

concentración fue de 900 ppm, equivalente aproximadamente a 3,1 mM, valor considerablemente inferior a los reportados para la CMC del SDS en sistemas acuosos. Aunque dichos valores no son directamente extrapolables al sistema petróleo-agua empleada en este trabajo, debido a la influencia que ejerce la fase oleosa sobre los fenómenos de adsorción y agregación del surfactante, constituyen una referencia útil para interpretar la ausencia de una región claramente estabilizada en los resultados experimentales.

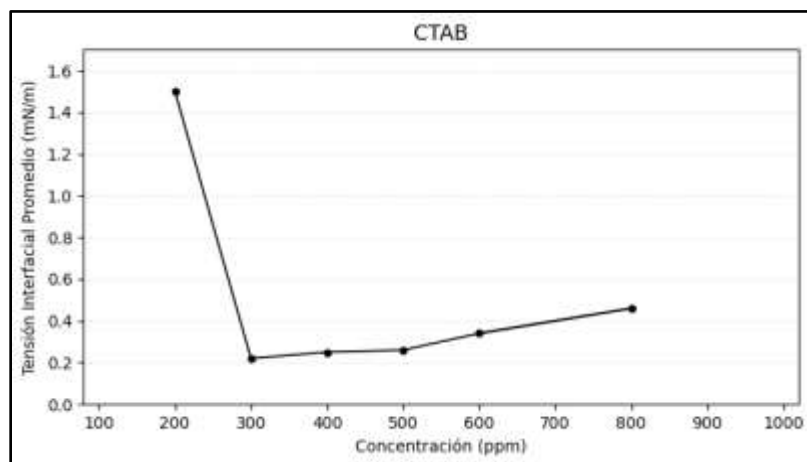
Por lo tanto, los resultados obtenidos no permiten determinar experimentalmente una concentración micelar crítica para las condiciones evaluadas únicamente a partir de las mediciones de tensión interfacial. No obstante, al contrastar el comportamiento experimental con los valores de CMC reportados en la literatura, puede inferirse que el intervalo de concentraciones estudiado corresponde principalmente a una región gobernada por procesos de adsorción interfacial, lo que explica la disminución continua de la tensión interfacial observada a lo largo de todo el rango analizado.

4.2.2 Evaluación de la concentración micelar crítica del CTAB

La Figura 17 muestra la variación de la tensión interfacial del sistema petróleo-agua en función de la concentración de CTAB. A diferencia del comportamiento observado para el SDS, la curva presenta una disminución abrupta de la tensión interfacial entre 200 y 300 ppm, pasando de 1,50 mN/m a 0,22 mN/m. Posteriormente, la tensión interfacial permanece en un rango relativamente estable, con valores comprendidos entre 0,22 y 0,46 mN/m para las concentraciones restantes evaluadas. Este comportamiento evidencia que los mayores cambios en la respuesta interfacial del sistema ocurren dentro del intervalo inicial de concentración, mientras que incrementos posteriores generan variaciones considerablemente menores.

Figura 17.

Representación gráfica de la Tensión Interfacial del CTAB vs concentración



Nota. Resultados experimentales obtenidos.

La literatura reporta para el CTAB valores de concentración micelar crítica cercanos a 0,9–1,0 mM en soluciones acuosas a temperatura ambiente, dependiendo de las condiciones experimentales y de la metodología empleada para su determinación (Helgeson et al., 2010; An et al., 2017). Considerando una masa molar de 364,45 g/mol, estos valores corresponden aproximadamente a concentraciones entre 330 y 365 ppm. Aunque estos valores fueron obtenidos en sistemas acuosos y no pueden extrapolarse directamente al sistema petróleo–agua utilizada en esta investigación, constituyen una referencia útil para contextualizar el comportamiento observado experimentalmente.

Al comparar estos valores con la curva obtenida, se observa que la transición más importante en la tensión interfacial ocurre precisamente en el intervalo comprendido entre 200 y 300 ppm, región cercana a las concentraciones reportadas en la literatura para la CMC del CTAB. Adicionalmente, la estabilización relativa de la tensión interfacial observada a concentraciones superiores resulta consistente con el comportamiento esperado para sistemas que han alcanzado

una elevada cobertura interfacial, donde incrementos adicionales de concentración producen reducciones cada vez menos significativas en la tensión interfacial (Rosen & Kunjappu, 2012).

4.3 Análisis comparativo de la reducción de la tensión interfacial en sistemas funcionalizados Nanocelulosa + Surfactante

En sistemas funcionalizados nanocelulosa–surfactante, la incorporación de SDS y CTAB sobre la superficie de la nanocelulosa puede modificar la distribución y el comportamiento interfacial de los componentes en el sistema aceite–agua. En la literatura se ha reportado que la interacción entre surfactantes y nanocelulosa puede influir en la organización molecular y en la disponibilidad de especies activas en la interfase, afectando los mecanismos de adsorción responsables de la reducción de la tensión interfacial (Combariza & Martínez-Ramírez, 2021; Gahrooe et al., 2021)

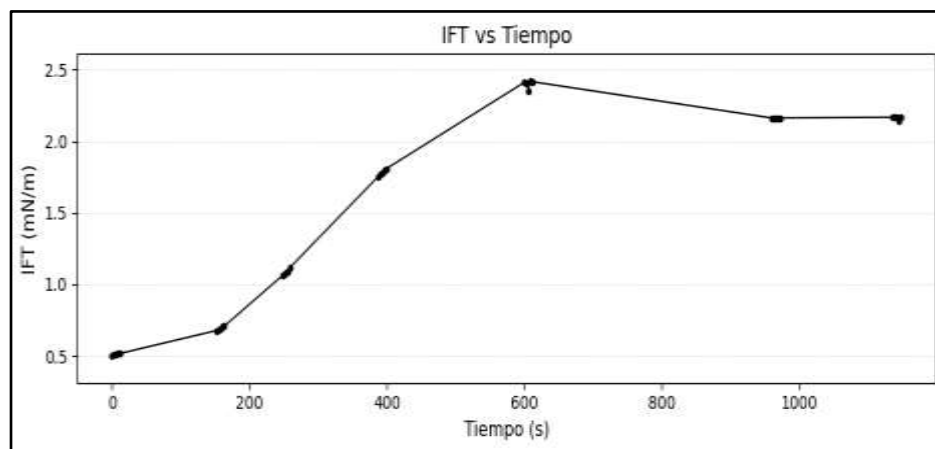
4.3.1 Sistema Nanocelulosa + SDS

Una vez funcionalizado el sistema Nanocelulosa + SDS y realizadas las mediciones de tensión interfacial, se obtuvieron valores inferiores a los del SDS evaluado individualmente a 700 ppm (5.7 mN/m). Aunque la formulación Nanocelulosa + SDS mostró un aumento gradual de la IFT con el tiempo (Figura 18), esta se estabilizó alrededor de 1.54 mN/m, manteniéndose significativamente por debajo del valor registrado para el SDS puro a la misma concentración.

Las mediciones se realizaron procurando aproximar las condiciones de temperatura del yacimiento (52 °C); sin embargo, debido a las limitaciones operativas del tensiómetro, la temperatura máxima alcanzada durante el ensayo fue cercana a 49 °C. A partir de esta condición se continuó el monitoreo temporal hasta observar la estabilización de la tensión interfacial.

Figura 18.

Variación de la tensión interfacial de Nanocelulosa + SDS con el tiempo



Nota. Resultados experimentales obtenidos.

Este comportamiento en la gráfica sugiere una redistribución de las moléculas de SDS en el sistema, donde una fracción del surfactante puede asociarse a la superficie de la nanocelulosa, reduciendo su disponibilidad para adsorción en la interfase aceite-agua. En la literatura se ha reportado que la nanocelulosa puede interactuar con surfactantes presentes en el sistema, afectando su distribución entre la fase acuosa y la interfase, lo que puede modificar su eficiencia en aplicaciones de recobro mejorado, debido a cambios en la partición del surfactante dentro del sistema (Combariza & Martínez-Ramírez, 2021).

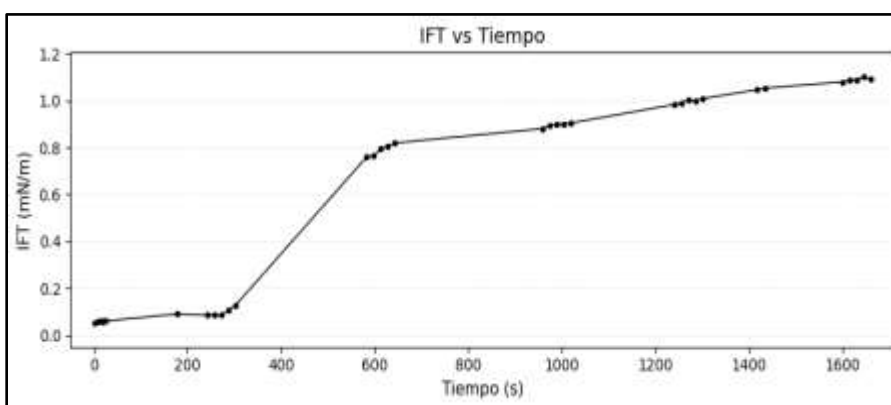
Al comparar este comportamiento con la CNC sin funcionalizar, se observa que la incorporación de SDS sí modifica la respuesta interfacial del sistema, evidenciando que la funcionalización fue efectiva en alterar las propiedades superficiales de la nanocelulosa y al contrastarlo con el SDS puro, los resultados indican una mejora en el desempeño en términos de reducción de la tensión interfacial.

4.3.2 Sistema Nanocelulosa + CTAB

La formulación funcionalizada con CTAB presentó un comportamiento diferente al observado para el sistema Nanocelulosa + SDS. Los valores de tensión interfacial permanecieron inicialmente bajos y posteriormente aumentaron de manera gradual con la temperatura hasta alcanzar una región relativamente estable alrededor de 0.66 mN/m (Ver figura 19).

Figura 19.

Variación de la tensión interfacial de Nanocelulosa + CTAB con el tiempo



Nota. Resultados experimentales obtenidos.

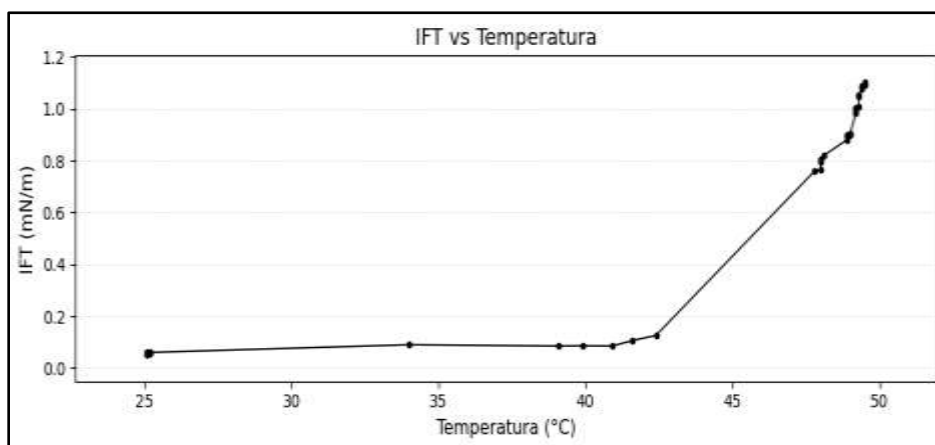
Aunque la funcionalización con CTAB no permitió alcanzar los niveles de reducción observados para el surfactante puro, los resultados muestran una mayor eficiencia interfacial en comparación con el sistema funcionalizado con SDS. En sistemas nanocelulosa–surfactante se ha reportado que la interacción entre nanopartículas y surfactantes puede modificar la partición del tensioactivo entre la fase acuosa, la superficie sólida y la interfase aceite–agua, afectando la fracción efectivamente disponible para reducir la tensión interfacial (Combariza & Martínez-Ramírez, 2021).

En particular, la presencia de surfactantes catiónicos como CTAB puede favorecer interacciones electrostáticas más intensas con superficies ricas en grupos oxigenados de la nanocelulosa, lo que conduce a una adsorción más eficiente sobre el sólido y a una reorganización más marcada de las especies en el sistema. Este tipo de interacciones puede modificar la estructura interfacial y la distribución de moléculas activas, impactando la tensión interfacial medida (Gahrooe et al., 2021; Wang et al., 2022)

La evolución observada con el incremento de la temperatura sugiere además una reorganización progresiva de dichas estructuras híbridas en la interfase. Según Li y Liu (2024), la temperatura constituye uno de los factores más importantes en la adsorción de surfactantes sobre interfaces líquido-líquido, debido a que modifica simultáneamente la concentración de especies adsorbidas, la organización molecular de la capa interfacial y la estabilidad de las estructuras formadas en esta región. Los autores reportan que las variaciones térmicas pueden alterar la cantidad efectiva de surfactante presente en la interfase y generar procesos de reorganización molecular capaces de modificar significativamente la tensión interfacial. De manera similar, Ye et al. (2008) encontraron que la temperatura influye directamente sobre la tensión interfacial en sistemas crudo-surfactante al afectar el equilibrio de adsorción y la disposición molecular de las especies tensioactivas adsorbidas.

Figura 20.

Variación de la tensión interfacial de Nanocelulosa + CTAB con la temperatura



Nota. Resultados experimentales obtenidos.

Bajo esta perspectiva, el incremento gradual que puede ser evidenciada en la figura 20 de la tensión interfacial registrado para el sistema Nanocelulosa + CTAB podría estar asociado a cambios en la distribución y organización del surfactante entre la superficie de la nanocelulosa, la fase acuosa y la interfase aceite-agua. A medida que aumenta la temperatura, la mayor movilidad molecular puede favorecer procesos de reorganización superficial que modifican la eficiencia de empaquetamiento interfacial. Como consecuencia, una menor fracción de grupos hidrofóbicos permanece orientada de manera óptima hacia la fase oleosa, reduciendo progresivamente la capacidad del sistema para disminuir la tensión interfacial.

Un aspecto particularmente relevante corresponde a la estabilización observada a temperaturas cercanas a 50 °C. A partir de esta región, las variaciones de la tensión interfacial se vuelven considerablemente menores, indicando que el sistema alcanza una condición de equilibrio dinámico. Li y Liu (2024) señalan que los cambios térmicos pueden conducir a configuraciones interfaciales más estables, en las cuales los procesos de adsorción, desorción y reorganización

molecular tienden a balancearse, limitando modificaciones adicionales en las propiedades interfaciales. En este sentido, la región de estabilización observada experimentalmente podría indicar que las estructuras híbridas nanocelulosa–CTAB alcanzan una disposición relativamente estable sobre la interfase, manteniendo valores de IFT prácticamente constantes pese al incremento adicional de la temperatura.

En comparación con la CNC sin funcionalizar, la incorporación de CTAB produjo una modificación evidente del comportamiento interfacial, confirmando nuevamente la efectividad del proceso de funcionalización. Sin embargo, al compararse con el CTAB puro, la reducción de la tensión interfacial continúa siendo inferior, por lo que tampoco se identifica una sinergia positiva en términos estrictamente interfaciales. Esto sugiere que una fracción del surfactante participa en la estabilización de la estructura híbrida nanocelulosa–CTAB y deja de estar completamente disponible para absorberse en la interfase aceite–agua. En este caso, el efecto observado puede considerarse parcialmente aditivo, ya que la presencia conjunta de ambos componentes mantiene una capacidad apreciable de reducción de IFT sin superar el desempeño individual del surfactante. No obstante, los resultados confirman que la funcionalización altera de manera significativa la respuesta interfacial y térmica del sistema, evidenciando el potencial de estas formulaciones para aplicaciones donde las condiciones de temperatura desempeñan un papel importante en el comportamiento de los agentes químicos utilizados en procesos de recobro mejorado.

En términos generales, los resultados obtenidos evidencian que la funcionalización de la nanocelulosa con surfactantes modificó significativamente el comportamiento interfacial de los sistemas evaluados, confirmando la capacidad de generar estructuras híbridas con actividad superficial frente al crudo pesado. Sin embargo, la incorporación de la nanocelulosa no produjo

una mejora en la reducción de la tensión interfacial respecto a los surfactantes evaluados de manera individual, por lo que no se identificó un efecto sinérgico en términos estrictamente interfaciales.

Entre las formulaciones estudiadas, el sistema Nanocelulosa + CTAB presentó el mejor desempeño, mostrando una mayor capacidad de reducción de la tensión interfacial y una respuesta más estable frente a las variaciones de temperatura en comparación con Nanocelulosa + SDS. Estos resultados sugieren que la naturaleza de las interacciones establecidas entre el surfactante y la superficie de la nanocelulosa desempeña un papel determinante en la organización interfacial y, por consiguiente, en la eficiencia del sistema.

En conjunto, los resultados permiten concluir que la funcionalización modifica efectivamente las propiedades superficiales de la nanocelulosa y constituye una alternativa viable para el diseño de sistemas híbridos orientados a aplicaciones de recobro mejorado. No obstante, la selección de la formulación óptima debe considerar no solo la capacidad de reducción de la tensión interfacial, sino también la estabilidad y el comportamiento del sistema bajo las condiciones de operación previstas.

4.4 Análisis de estabilidad térmica de la nanocelulosa y sistemas funcionalizados a partir de evidencia reportada en la literatura.

Con el fin de complementar la caracterización de los sistemas funcionalizados evaluados, se realizó un análisis teórico de la estabilidad térmica reportada en literatura. Este análisis no reemplaza una medición experimental propia, pero permite establecer si los materiales evaluados presentan rangos de estabilidad compatibles siendo esta una propiedad relevante debido a que permite evaluar la integridad estructural de la nanocelulosa y de los sistemas funcionalizados bajo diferentes condiciones de operación en procesos de recobro mejorado de petróleo. En este sentido,

la interpretación se centra en tres aspectos: las temperaturas características de degradación, los mecanismos fisicoquímicos asociados a cada pérdida de masa y el efecto que puede tener la funcionalización con surfactantes sobre la organización estructural de la nanocelulosa y su desempeño interfacial.

4.4.1 Estabilidad térmica de la nanocelulosa

La estabilidad térmica de la nanocelulosa constituye un parámetro relevante para evaluar su potencial aplicación en sistemas destinados al recobro mejorado de petróleo, ya que permite identificar los rangos de temperatura en los cuales el material conserva su integridad estructural y funcional. Diversos estudios han demostrado que la respuesta térmica de la CNC está estrechamente relacionada con su grado de cristalinidad, el método de obtención y la presencia de grupos funcionales incorporados durante los procesos de extracción y purificación.

En el caso de la nanocelulosa obtenida a partir de fibras de palma, Khatun et al. (2023) reportaron una estructura altamente cristalina como resultado de la eliminación progresiva de componentes amorfos, hemicelulosa y lignina durante las etapas de tratamiento químico y posterior hidrólisis. Desde una perspectiva térmica, este comportamiento resulta favorable debido a que las regiones cristalinas presentan un mayor orden molecular y una red más estable de enlaces de hidrógeno, lo que incrementa la energía necesaria para iniciar los procesos de degradación. Como consecuencia, la CNC exhibe una resistencia térmica superior a la observada en materiales lignocelulósicos sin procesar. En el contexto del presente trabajo, esta característica resulta particularmente relevante debido a que la funcionalización con surfactantes depende de la disponibilidad y estabilidad de la superficie de la nanocelulosa. En consecuencia, la elevada organización estructural reportada para la CNC derivada de palma constituye un indicio favorable

para la formación de sistemas funcionalizados capaces de mantener sus propiedades bajo diferentes condiciones de operación.

Complementariamente, Bellani et al. (2016) analizaron el comportamiento térmico de nanocristales de celulosa obtenidos mediante hidrólisis ácida y demostraron que la estabilidad observada experimentalmente es una consecuencia directa de las características estructurales del material. Los autores describen que la degradación térmica de la CNC ocurre únicamente cuando el aporte energético es suficiente para superar las interacciones que mantienen organizada la estructura cristalina, produciéndose la ruptura progresiva de enlaces glucosídicos y la posterior despolimerización de las cadenas de celulosa.

Estas observaciones sugieren que la CNC consta de una base científica sólida para los sistemas funcionalizados evaluados en este trabajo ya que posee una estructura suficientemente estable para soportar las condiciones experimentales empleadas, permitiendo que los cambios observados en la tensión interfacial estén asociados principalmente a fenómenos de adsorción e interacción interfacial y no a procesos de degradación térmica del material.

4.4.2 Estabilidad térmica de SDS y CTAB

La estabilidad térmica de los surfactantes constituye un aspecto relevante para evaluar la viabilidad de sistemas funcionalizados destinados a aplicaciones EOR. De acuerdo con la literatura, los surfactantes aniónicos tipo sulfato, como el SDS, pueden presentar una menor estabilidad térmica relativa debido a la susceptibilidad de su cabeza polar frente a procesos de hidrólisis cuando son sometidos a condiciones severas de temperatura durante tiempos prolongados. Por el contrario, los surfactantes catiónicos de amonio cuaternario, como el CTAB,

suelen exhibir una mayor estabilidad térmica y una menor pérdida de actividad superficial bajo condiciones similares. Esta diferencia ha sido atribuida principalmente a la mayor estabilidad química de los grupos amonio cuaternario en comparación con los grupos sulfatos.

Según la literatura, los procesos principales de degradación de los surfactantes evaluados ocurren a temperaturas considerablemente superiores a las empleadas en el presente trabajo. En consecuencia, no se espera que las condiciones experimentales utilizadas durante los ensayos de tensión interfacial hayan generado procesos significativos de degradación térmica. Por lo tanto, las diferencias observadas entre los sistemas funcionalizados evaluados se atribuyen principalmente a fenómenos de adsorción, reorganización molecular e interacción entre los surfactantes y la superficie de la nanocelulosa, procesos que han sido reportados previamente para sistemas CNC-surfactante funcionalizados (An et al., 2017; Gahrooe et al., 2021).

4.4.3 Estabilidad térmica de la funcionalización

La estabilidad térmica de los sistemas funcionalizados no depende únicamente de las propiedades individuales de la nanocelulosa y los surfactantes, sino también de las modificaciones estructurales que se generan como consecuencia de su interacción. Diversos estudios han demostrado que la funcionalización de la superficie de la CNC puede alterar los mecanismos de degradación térmica mediante cambios en la organización molecular, la distribución de cargas superficiales y las interacciones intermoleculares presentes en el sistema.

Bellani et al. (2016) reportaron que las modificaciones superficiales realizadas sobre nanocristales de celulosa pueden producir variaciones significativas en su comportamiento térmico, debido a cambios en la química superficial y en las interacciones responsables de la

estabilidad estructural del material. Los autores observaron que la funcionalización modifica la energía requerida para iniciar los procesos de degradación, evidenciando que la respuesta térmica de la CNC está estrechamente relacionada con las características de su superficie.

En el caso específico de sistemas funcionalizados con CTAB, An et al. (2017) demostraron que el surfactante puede absorberse sobre la superficie de la nanocelulosa mediante interacciones electrostáticas entre los grupos amonio cuaternario y las cargas negativas presentes en la CNC. Esta adsorción favorece la formación de estructuras híbridas más organizadas y modifica el entorno superficial de las nanopartículas. Desde una perspectiva térmica, este tipo de reorganización puede influir en los mecanismos de transferencia de energía y en la estabilidad de las interacciones intermoleculares responsables de la integridad estructural del sistema.

De manera complementaria, Gahrooe et al. (2021) observaron que la incorporación de CTAB produce cambios significativos en la microestructura de las redes CNC, identificando comportamientos distintos por debajo y por encima de la concentración micelar crítica. Los autores atribuyeron estas diferencias a modificaciones en la organización del sistema y en las interacciones entre partículas, lo que evidencia que la presencia del surfactante puede alterar sustancialmente la estructura desarrollada por la nanocelulosa. Aunque el estudio se enfocó en propiedades reológicas, los resultados sugieren que estas reorganizaciones estructurales también podrían influir en el comportamiento térmico de los sistemas funcionalizados.

En conjunto, la evidencia reportada en la literatura indica que la funcionalización de la nanocelulosa genera modificaciones estructurales capaces de alterar la respuesta térmica del material. Más que un efecto asociado exclusivamente a la estabilidad individual de los surfactantes, los cambios observados se relacionan con la formación de nuevas interacciones entre la CNC y los

agentes funcionalizantes. Esta interpretación resulta consistente con los resultados obtenidos en el presente trabajo, donde la funcionalización produjo cambios significativos en el comportamiento interfacial de los sistemas evaluados, evidenciando que la modificación de la superficie de la nanocelulosa constituye un factor determinante tanto en la estabilidad estructural como en su desempeño potencial para aplicaciones EOR.

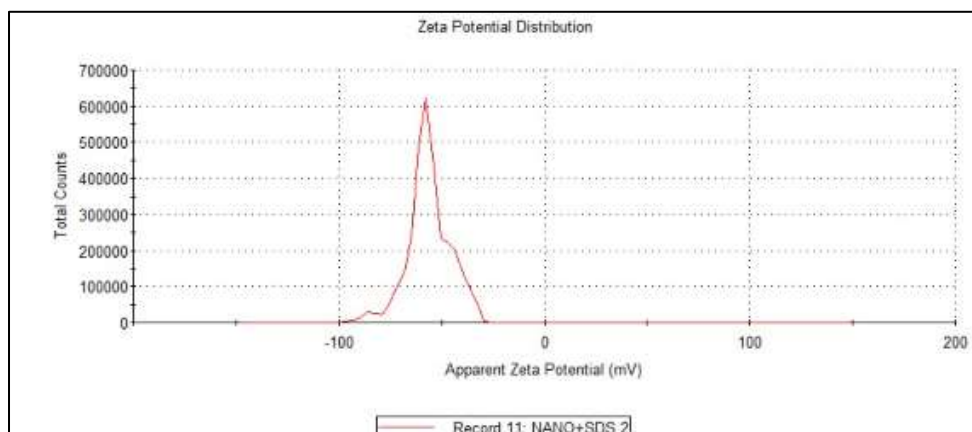
4.5 Caracterización de materiales

4.5.1 Potencial Z

La gráfica de distribución de potencial zeta para el sistema Nanocelulosa + SDS muestra un pico principal bien definido en valores negativos, aproximadamente entre -60 y -40 mV, con un máximo cercano a -50 mV. Esta distribución relativamente estrecha indica que la mayoría de las partículas posee una carga superficial negativa significativa y homogénea. Este comportamiento es característico de sistemas estabilizados por surfactantes aniónicos como el SDS, los cuales confieren carga negativa a la superficie de la nanocelulosa. La magnitud del potencial zeta observada sugiere una buena estabilidad coloidal, ya que valores por debajo de -30 mV suelen asociarse con repulsión electrostática suficiente para evitar la agregación de partículas. Sin embargo, la ligera dispersión del pico puede indicar la presencia de algunas variaciones en la carga superficial o interacciones parciales entre partículas.

Figura 21.

Grafica potencial Z de sistema Nanocelulosa+SDS arrojado por equipo de medición.

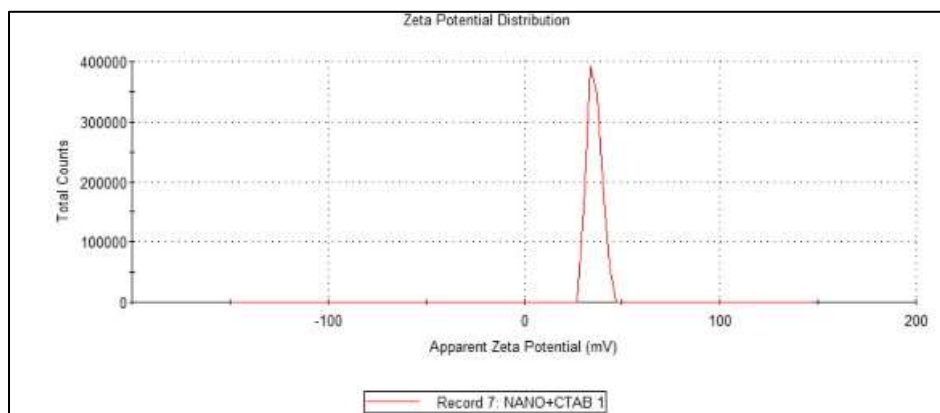


Nota. Resultado obtenido mediante el software del equipo de medición de potencial zeta.

La gráfica de distribución de potencial zeta del sistema Nanocelulosa + CTAB presenta un pico estrecho y bien definido centrado en valores positivos, aproximadamente entre +20 y +50 mV, con un máximo cercano a +35 mV. Esta distribución indica que la mayor parte de las partículas posee una carga superficial positiva homogénea, lo cual es consistente con la adsorción del surfactante catiónico CTAB sobre la superficie de la nanocelulosa. La magnitud del potencial zeta, superior a +30 mV, sugiere una alta estabilidad coloidal, ya que existe una fuerte repulsión electrostática entre partículas que evita su agregación. Además, la estrechez del pico evidencia una dispersión uniforme de la carga, lo que refleja un sistema altamente homogéneo y bien estabilizado. En conjunto, estos resultados confirman que el CTAB no solo modifica la naturaleza de la carga superficial, sino que también mejora significativamente la estabilidad del sistema coloidal de nanocelulosa.

Figura 22.

Grafica potencial Z de sistema Nanocelulosa+CTAB arrojado por equipo de medición.



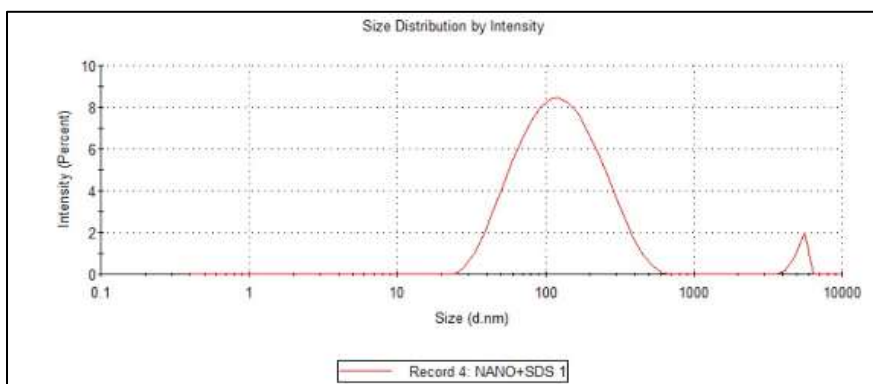
Nota. Resultado obtenido mediante el software del equipo de medición de potencial zeta.

4.5.2 Dispersión DLS

La gráfica de distribución de tamaño para el sistema Nanocelulosa + SDS presenta un comportamiento bimodal, evidenciado por la presencia de dos picos diferenciados. El pico principal se ubica aproximadamente en el rango de 80 a 150 nm, lo que indica que una fracción importante de las partículas se encuentra en una escala nanométrica relativamente bien dispersa. Sin embargo, se observa un segundo pico de menor intensidad en tamaños mucho mayores, alrededor de 4000 a 6000 nm, lo que sugiere la existencia de agregados o flóculos en el sistema. Este comportamiento indica que, aunque el SDS actúa como agente dispersante promoviendo cierta estabilidad mediante repulsión electrostática, no es completamente eficaz para evitar la aglomeración total de las partículas de nanocelulosa. En consecuencia, el sistema presenta una dispersión moderada con evidencia de heterogeneidad en el tamaño de partícula.

Figura 23.

Grafica distribución de partículas de sistema Nanocelulosa+SDS arrojado por equipo de medición.

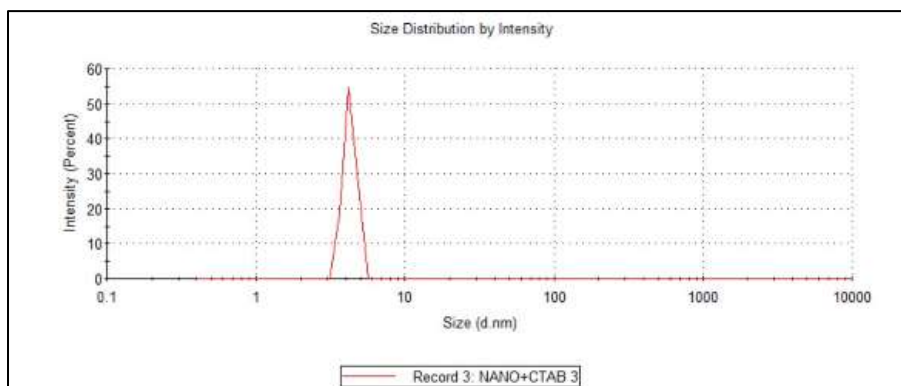


Nota. Resultado obtenido mediante el software del equipo de medición de DLS.

Por otro lado, la gráfica correspondiente al sistema Nanocelulosa + CTAB muestra una distribución monomodal bien definida, con un único pico estrecho localizado aproximadamente entre 4 y 8 nm y con una intensidad considerablemente alta. Este comportamiento refleja un sistema altamente homogéneo, donde la mayoría de las partículas presenta tamaños muy pequeños y uniformes, sin evidencia de poblaciones secundarias o agregados de mayor tamaño. La ausencia de picos adicionales indica que el CTAB ejerce una estabilización coloidal más eficiente, probablemente debido a interacciones electrostáticas favorables entre el surfactante catiónico y la superficie de la nanocelulosa. Como resultado, se obtiene una dispersión más estable, con mejor control del tamaño de partícula y menor tendencia a la agregación comparado con el sistema que contiene SDS.

Figura 24.

Grafica distribución de partículas de sistema Nanocelulosa+CTAB arrojado por equipo de medición.



Nota. Resultado obtenido mediante el software del equipo de medición de DLS.

4.5.3 Análisis FTIR de la CNC

La literatura reporta que el espectro FTIR de la nanocelulosa cristalina presenta un conjunto de bandas características asociadas a la estructura química de la celulosa. Khatun et al. (2023) y Bellani et al. (2016) describen una banda ancha en la región de $3300\text{--}3400\text{ cm}^{-1}$, correspondiente al estiramiento de los grupos hidroxilo (O–H), así como una señal alrededor de 2890 cm^{-1} , atribuida al estiramiento de los enlaces C–H presentes en las unidades de glucosa. Estas bandas son consideradas representativas de la estructura básica de la nanocelulosa.

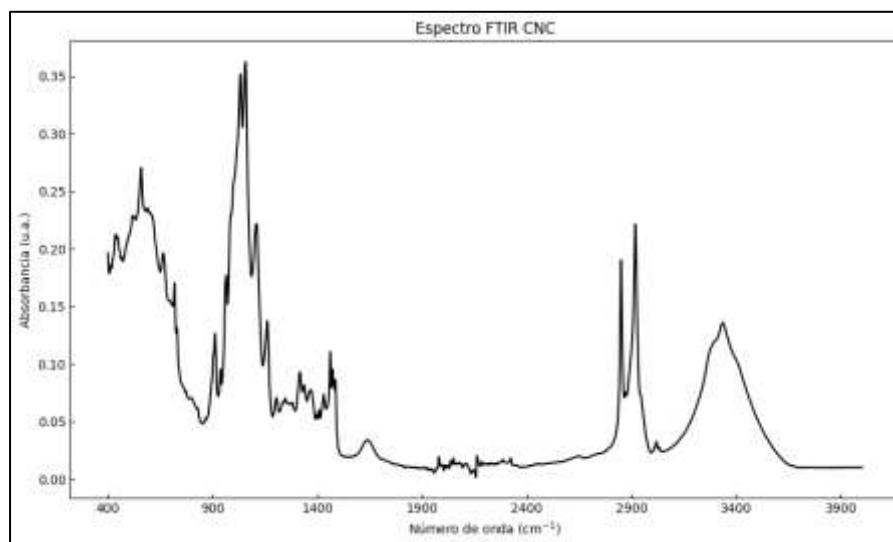
Asimismo, ambos estudios reportan que en el intervalo comprendido entre 1160 y 1030 cm^{-1} se localizan las bandas asociadas a las vibraciones de los enlaces C–O–C y C–O, característicos de la estructura polisacáridica de la celulosa. De igual forma, alrededor de 1430 cm^{-1} se identifica una banda correspondiente a la deformación de los grupos CH_2 , mientras que una señal cercana a 897 cm^{-1} se atribuye al enlace β -glucosídico, considerado una de las bandas más representativas de la celulosa cristalina.

Con base en estas asignaciones espectroscópicas reportadas en la literatura, es posible establecer un patrón de referencia para la identificación de los grupos funcionales característicos de la nanocelulosa. En este sentido, el espectro FTIR obtenido experimentalmente en la presente investigación será analizado mediante la comparación de las posiciones e intensidades de las bandas observadas con las reportadas por Khatun et al. (2023) y Bellani et al. (2016). Este análisis permitirá verificar la correspondencia entre el material sintetizado y la estructura característica de la nanocelulosa cristalina, proporcionando una base para la posterior interpretación de los sistemas funcionalizados con surfactantes.

En este contexto, las bandas reportadas por Khatun et al. (2023) y Bellani et al. (2016) constituyen el referente para la interpretación del espectro FTIR de la nanocelulosa cristalina. A partir de estas asignaciones es posible contrastar los resultados experimentales obtenidos en la presente investigación con el comportamiento espectroscópico reportado para este material. La Figura 25 presenta el espectro FTIR obtenido para la nanocelulosa cristalina, el cual será analizado mediante la identificación de las bandas características y su correspondencia con los grupos funcionales descritos en la literatura.

Figura 25.

Espectro FTIR del sistema CNC.



Nota. Resultados experimentales obtenidos.

El espectro presentado contiene picos en posición e intensidad relativa los cuales coinciden con las referencias académicas analizadas anteriormente. En la región de 3300–3400 cm^{-1} se observa una banda ancha correspondiente a los grupos O–H, cuya amplitud refleja la fuerte presencia de enlaces de hidrógeno típicos de la estructura celulósica. Cerca de 2900 cm^{-1} aparece una señal definida y de mayor intensidad que la anterior, asociada a los grupos C–H, propia de la cadena de glucosa que conforma la celulosa.

Alrededor de 1430 cm^{-1} se observa una señal de menor intensidad, vinculada a la deformación de los grupos CH_2 . Aunque no es una banda dominante, su presencia refuerza la identificación de la estructura característica de la celulosa. La zona comprendida entre 1160 y 1030 cm^{-1} concentra las bandas de mayor intensidad de todo el espectro, con valores de absorbancia cercanos a 0.35–0.36. Esta región corresponde a las vibraciones de los enlaces C–O–C y C–O,

propios del esqueleto polisacárido, y su elevada intensidad indica una estructura bien definida, sin señales de degradación o contaminación significativa del material.

En conjunto, los resultados obtenidos coinciden con lo descrito en la literatura académica especializada, lo cual constituye un resultado positivo para la caracterización del material, sentando una base sólida para el análisis posterior de los sistemas funcionalizados con surfactantes.

4.5.4 Análisis FTIR del sistema CNC-CTAB

El espectro FTIR obtenido para el sistema CNC-CTAB presenta diversas bandas características que, al ser comparadas con la literatura, permiten confirmar la presencia del surfactante y su interacción con la nanocelulosa cristalina. En la Tabla 6 se recopilan las principales bandas FTIR reportadas para el CTAB, las cuales constituyen una referencia fundamental para la identificación de este surfactante y para el análisis de sus posibles interacciones con materiales celulósicos funcionalizados.

Tabla 5.

Bandas FTIR características reportadas para CTAB

Número de onda (cm ⁻¹)	Asignación reportada
2918	Estiramiento asimétrico de grupos CH ₂ de la cadena hidrocarbonada
2849	Estiramiento simétrico de grupos CH ₂ de la cadena hidrocarbonada
1480–1487	Deformación asimétrica del grupo amonio cuaternario N ⁺ (CH ₃) ₃
1396	Deformación simétrica del grupo amonio cuaternario N ⁺ (CH ₃) ₃
912	Vibración asociada al enlace C–N del grupo amonio cuaternario

Nota. Adaptado de Viana (2008) y Campbell et al. (2004)

En primer lugar, se identifican bandas en la región de $2917\text{--}2918\text{ cm}^{-1}$ y $2848\text{--}2850\text{ cm}^{-1}$, las cuales coinciden con los estiramientos asimétrico y simétrico de los grupos metileno ($-\text{CH}_2-$), respectivamente. Estas señales son reportadas en la literatura como características de las cadenas hidrocarbonadas del CTAB (Viana, 2008). La coincidencia entre los valores experimentales y los reportados confirma la presencia de largas cadenas alifáticas en el sistema, asociadas a la estructura hidrofóbica del surfactante.

Estos resultados son consistentes con lo reportado por Campbell et al. (2004), quienes indican que las bandas correspondientes a los grupos CH_2 no solo permiten identificar la presencia del CTAB, sino también evaluar su comportamiento en superficies. En particular, el aumento de la intensidad de estas bandas está relacionado con procesos de adsorción y organización molecular del surfactante. En el presente caso, la clara definición de estas bandas sugiere que el CTAB no se encuentra libre en solución, sino que está interactuando con la superficie de la nanocelulosa.

Por otra parte, en la región de $1458\text{--}1485\text{ cm}^{-1}$ se observa una banda que corresponde a la deformación asimétrica del grupo amonio cuaternario $\text{N}^+(\text{CH}_3)_3$, en concordancia con lo reportado en el intervalo de $1480\text{--}1487\text{ cm}^{-1}$ en la literatura. Asimismo, se identifica una señal en torno a $1390\text{--}1400\text{ cm}^{-1}$, atribuida a la deformación simétrica de este mismo grupo funcional. La presencia simultánea de estas bandas constituye una evidencia clara de la existencia del grupo cargado positivamente característico del CTAB.

De acuerdo con Viana (2008), las bandas en la región de deformación de los grupos CH_2 y del grupo amonio cuaternario son indicativas del grado de organización molecular del surfactante. En particular, la definición de señales en el intervalo de $1462\text{--}1472\text{ cm}^{-1}$ se asocia con una mayor organización de las cadenas hidrocarbonadas en conformaciones tipo trans. En este sentido, la

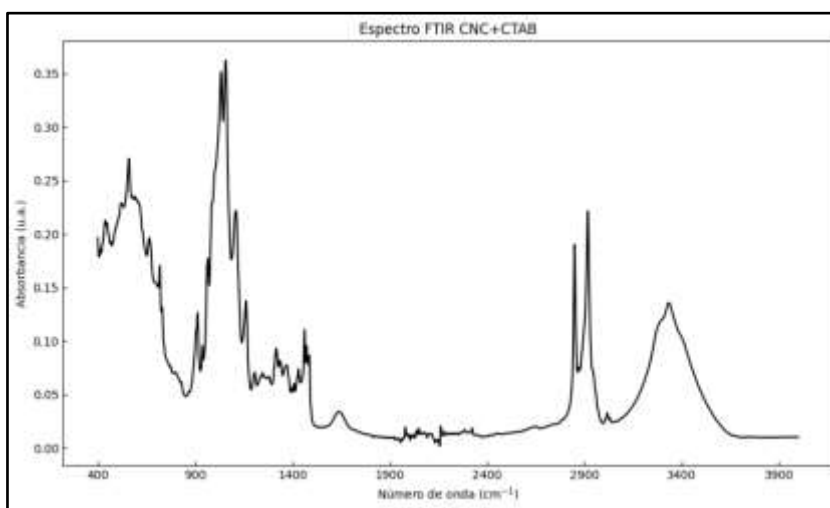
presencia bien definida de la banda observada en esta región sugiere un cierto grado de ordenamiento de las moléculas de CTAB sobre la superficie del CNC, posiblemente debido a interacciones intermoleculares y efectos de empaquetamiento.

Adicionalmente, se observa una banda en la región de $900\text{--}920\text{ cm}^{-1}$, la cual coincide con la señal reportada alrededor de 912 cm^{-1} , asociada a vibraciones del enlace C–N del grupo amonio cuaternario. Esta señal refuerza la identificación del CTAB, ya que complementa la información obtenida a partir de las bandas de CH_2 y del grupo $\text{N}^+(\text{CH}_3)_3$. La presencia simultánea de estas tres contribuciones espectrales (CH_2 , N^+ y C–N) constituye una evidencia sólida de la incorporación del surfactante en el sistema.

En conjunto, la correspondencia entre las bandas experimentales (Ver Figura 26) y las reportadas en la literatura permite no solo confirmar la presencia del CTAB, sino también inferir su interacción con la nanocelulosa cristalina.

Figura 26.

Espectro FTIR del sistema CNC–CTAB.



Nota. Resultados experimentales obtenidos.

Al comparar estos resultados con el espectro FTIR de la nanocelulosa sola (CNC), se observa que las bandas características de la celulosa —como la banda ancha de —OH en $3300\text{--}3400\text{ cm}^{-1}$, las vibraciones C—H alrededor de 2900 cm^{-1} , y las señales en la región $1000\text{--}1150\text{ cm}^{-1}$ asociadas a enlaces C—O—C , así como la banda cercana a $\sim 897\text{ cm}^{-1}$ correspondiente al enlace β -glicosídico— se mantienen presentes en el sistema funcionalizado.

Sin embargo, las bandas correspondientes al grupo amonio cuaternario y a las cadenas hidrocarbonadas del CTAB no aparecen en la CNC pura, lo cual confirma que dichas señales son atribuibles exclusivamente al surfactante. Esto evidencia que la modificación ocurre principalmente por adsorción superficial del CTAB sobre la nanocelulosa, sin alterar la estructura química fundamental del material.

Por lo tanto, los resultados obtenidos evidencian la formación de un sistema CNC-CTAB, en el cual el surfactante no solo está presente, sino que presenta un cierto grado de organización sobre la superficie del material, lo que podría influir en sus propiedades fisicoquímicas y en su comportamiento en aplicaciones posteriores.

Para nuestro proyecto, el espectro FTIR presenta bandas en 2918 y 2849 cm^{-1} correspondientes a los estiramientos asimétrico y simétrico de los grupos metileno ($\text{—CH}_2\text{—}$), evidenciando la presencia de cadenas hidrocarbonadas del surfactante CTAB.

4.5.5 Análisis FTIR del sistema CNC-SDS

La caracterización espectroscópica del dodecil sulfato de sodio (SDS) ha sido ampliamente reportada en la literatura debido a la importancia de este surfactante en sistemas coloidales y formulaciones basadas en autoensamblaje molecular. Diversos estudios han identificado bandas

características asociadas tanto a la cadena hidrocarbonada como al grupo sulfato presente en la molécula, las cuales constituyen una referencia para su identificación mediante FTIR.

Gaikar y Padalkar (2008) reportaron bandas localizadas alrededor de 2924 y 2853 cm^{-1} , asociadas a vibraciones de los grupos metileno (CH_2) de la cadena alquílica del surfactante. Los autores observaron además que estas señales pueden presentar ligeros desplazamientos cuando se modifican las interacciones entre moléculas de surfactante, evidenciando cambios en la organización estructural de los agregados formados en solución.

De manera complementaria, Viana (2008) recopiló y analizó las principales bandas espectroscópicas asociadas al SDS, reportando señales características en regiones cercanas a 1249, 1219 y 1064 cm^{-1} atribuidas al grupo sulfato (OSO_3^-), correspondiente a la cabeza polar de la molécula. Adicionalmente, se identificaron bandas próximas a 974 y 955 cm^{-1} relacionadas con interacciones de la cabeza polar y cambios conformacionales de las cadenas alifáticas.

En conjunto, las bandas asociadas a la región hidrocarbonada y al grupo sulfato constituyen una huella espectroscópica característica del SDS. Por esta razón, dichas señales son utilizadas como referencia para la identificación del surfactante y para el análisis de posibles modificaciones en su entorno químico cuando participa en sistemas multicomponente o formulaciones funcionalizadas.

Tabla 6.*Bandas FTIR características reportadas para SDS*

Número de onda (cm^{-1})	Asignación reportada
2924	Vibraciones de grupos metileno (CH_2) de la cadena hidrocarbonada
2853	Vibraciones de grupos metileno (CH_2) de la cadena hidrocarbonada
1249	Vibraciones asociadas al grupo sulfato (OSO_3^-)
1219	Vibraciones asociadas al grupo sulfato (OSO_3^-)
1064	Estiramiento simétrico del grupo sulfato (OSO_3^-)
974	Señales asociadas a la cabeza polar del surfactante
955	Conformaciones de la cadena alifática

Nota. Adaptado de Gaikar y Padalkar (2008) y Viana (2008).

En el espectro FTIR del sistema CNC-SDS especificado por la literatura, se evidencian señales en 2924 y 2853 cm^{-1} asociadas a los grupos metileno (CH_2), confirmando la presencia de la cadena hidrocarbonada del surfactante. Asimismo, se identifican bandas en la región de 1240–1210 cm^{-1} y alrededor de 1060 cm^{-1} , correspondientes a las vibraciones del grupo sulfato (OSO_3^-), características del SDS y ausentes en la nanocelulosa pura.

Adicionalmente, las señales cercanas a ~970–950 cm^{-1} refuerzan la presencia del surfactante, ya que se asocian con vibraciones relacionadas con la cabeza polar del SDS y su interacción con el entorno.

Al comparar estos resultados con nuestro espectro de la CNC sola, se observa que las bandas características de la celulosa incluyendo las vibraciones de $-\text{OH}$ (~3300 cm^{-1}), $\text{C}-\text{H}$ (~2900 cm^{-1}), $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ (1000–1150 cm^{-1}) y el enlace β -glicosídico (~897 cm^{-1}) se mantienen presentes en

el sistema. Esto indica que la estructura fundamental de la nanocelulosa no se ve alterada por la incorporación del surfactante.

No obstante, la aparición de nuevas bandas asociadas al grupo sulfato y a la cadena alquílica del SDS, las cuales no se encuentran en el espectro de la CNC pura, confirma la incorporación del surfactante en el sistema. Estas diferencias evidencian que el SDS interactúa con la superficie de la nanocelulosa, probablemente mediante interacciones electrostáticas entre los grupos funcionales del CNC y la cabeza polar aniónica del surfactante.

En conjunto, la comparación con la nanocelulosa sola demuestra que el sistema CNC-SDS corresponde a una modificación superficial, en la cual el surfactante se adsorbe sobre el material sin producir cambios estructurales significativos en la red celulósica. Esto sugiere que el SDS puede influir en las propiedades superficiales y en el comportamiento coloidal del material, manteniendo intacta su estructura química base.

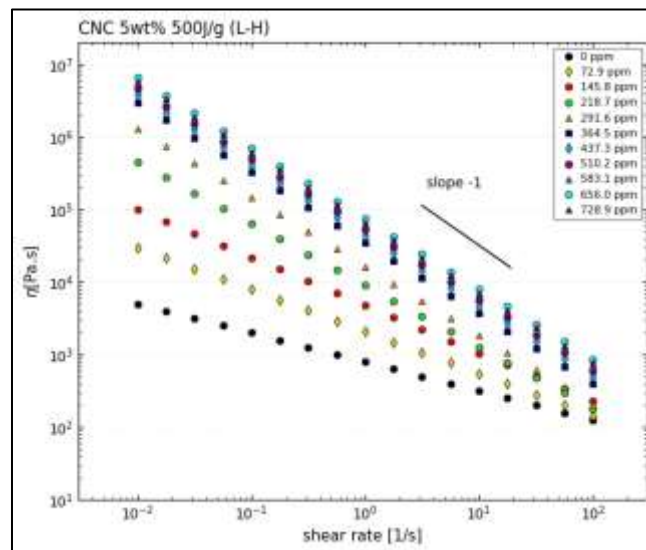
4.6 Comportamiento reológico

Con el fin de comprender el efecto de la funcionalización de la nanocelulosa con CTAB sobre el comportamiento del sistema, se realizó un análisis reológico basado en la interpretación de curvas reportadas en literatura científica especializada, tomando como referencia principal el estudio desarrollado por Gahrooe et al. (2021). Este estudio presenta el comportamiento reológico de las suspensiones de nanocelulosa funcionalizadas con diferentes concentraciones de CTAB mediante dos secuencias de medición: Low-to-High (L-H), donde la velocidad de corte aumenta progresivamente (Figura 27), y High-to-Low (H-L), en la que la medición se realiza en sentido inverso, disminuyendo la velocidad de corte (Figura 28). La comparación entre ambos barridos permite evaluar la respuesta del material frente a diferentes historias de deformación. En ambas

figuras, la serie identificada con 0 ppm de CTAB (puntos negros) corresponde a la suspensión de nanocelulosa sin surfactante y constituye la condición de referencia, mientras que las demás curvas representan la suspensión de CNC funcionalizada con concentraciones crecientes de CTAB, desde 73 hasta 729 ppm.

Figura 27.

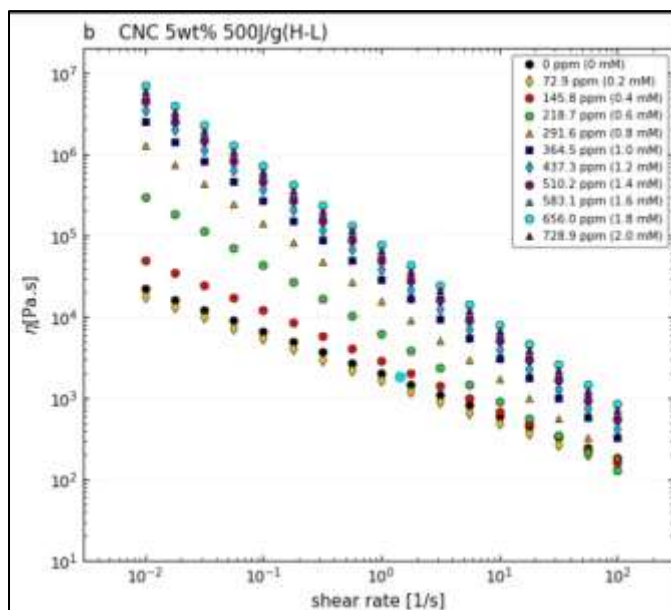
Comportamiento reológico del sistema CNC-CTAB. Barrido de baja a alta velocidad de corte (L-H).



Nota. Adaptado de Gahrooe et al. (2021).

Figura 28.

Comportamiento reológico del sistema CNC–CTAB. Barrido de alta a baja velocidad de corte (H-L)



Nota. Adaptado de Gahrooe et al. (2021).

La suspensión de nanocelulosa sin adición de CTAB presenta un comportamiento pseudoplástico, evidenciado por la disminución de la viscosidad a medida que aumenta la velocidad de corte. De acuerdo con Gahrooe et al. (2021), este comportamiento es característico de las suspensiones de nanocristales de celulosa, ya que las interacciones entre las partículas generan una estructura física que se reorganiza bajo cizalla, permitiendo que los nanocristales se orienten en la dirección del flujo y disminuyan progresivamente la resistencia al movimiento. En consecuencia, aunque la CNC por sí sola ya presenta respuesta reológica, la magnitud de la viscosidad es considerablemente menor que la alcanzada después de la funcionalización.

Al incorporar CTAB, la respuesta reológica de la suspensión cambia de forma significativa. A medida que aumenta la concentración de surfactante, desde 73 hasta 729 ppm, todas las curvas

se desplazan hacia valores de viscosidad cada vez mayores, especialmente a bajas velocidades de corte. Según Gahrooe et al. (2021), este incremento se debe a que el CTAB favorece la formación de una red estructural entre los nanocristales de celulosa, fortaleciendo las interacciones entre partículas y aumentando la resistencia del sistema al flujo. Este comportamiento contrasta con el esperado para el CTAB sin nanocelulosa, el cual presenta un comportamiento prácticamente Newtoniano, caracterizado por una viscosidad cercana a la del agua y con variaciones mínimas frente al incremento de la velocidad de corte. En estas condiciones, la representación de la viscosidad en función de la velocidad de deformación corresponde a una curva prácticamente horizontal, indicando que el surfactante por sí solo no aporta un comportamiento reológico significativo.

En conjunto, los resultados demuestran que la funcionalización de la CNC con CTAB transforma una suspensión coloidal con comportamiento pseudoplástico moderado en un sistema con una respuesta reológica mucho más pronunciada. Mientras que la nanocelulosa sin funcionalizar presenta una estructura que se reorganiza bajo cizalla y el CTAB por sí solo mantiene un comportamiento esencialmente Newtoniano, la combinación de ambos genera una red estructural capaz de incrementar considerablemente la viscosidad y de conferir al sistema propiedades propias de un fluido con comportamiento polimérico. Esta modificación reológica resulta particularmente relevante para aplicaciones de recuperación mejorada de petróleo, ya que un sistema con mayor viscosidad y comportamiento no Newtoniano puede favorecer el control de movilidad del fluido inyectado sin perder la capacidad del surfactante para reducir la tensión interfacial (Raeisi Gahrooe et al., 2021).

5. Conclusiones

Bajo este criterio, el valor de tensión interfacial obtenido para el sistema crudo–agua se comparó con resultados experimentales reportados para sistemas petróleo–agua sin tratamiento químico. Fan y Buckley (2005) evaluaron 41 crudos de diferentes características frente a distintas fases acuosas, y reportaron, para condiciones cercanas a la neutralidad ($\text{pH} \approx 6$), tensiones interfaciales comprendidas aproximadamente entre 10 y 30 mN/m, evidenciando que la composición química del petróleo genera diferencias apreciables en la respuesta interfacial. Perles, Guersoni y Bannwart (2018) midieron la tensión interfacial de un sistema crudo liviano–agua a temperaturas entre 30 y 60 °C. Sus resultados muestran valores iniciales de IFT en el orden de 18 a 21 mN/m, que decaen con el tiempo hasta alcanzar valores de equilibrio de aproximadamente 14 a 15 mN/m para las temperaturas de 30, 40 y 50 °C, y de aproximadamente 11.5 a 12 mN/m para 60 °C. En conjunto, estos antecedentes muestran que el valor de 32 mN/m obtenido en el presente trabajo se encuentra dentro del intervalo reportado para sistemas crudo–agua sin aditivos y se ubica entre los valores más altos observados para este tipo de sistemas, lo que permite interpretar el sistema blanco como una condición inicial de elevada tensión interfacial. Esta condición fue relevante para tomar como referencia experimental bajo la cual se evaluó la capacidad de la nanocelulosa funcionalizada con SDS y CTAB y los surfactantes en estado puro a las distintas concentraciones para modificar el comportamiento interfacial del sistema petróleo–agua.

La nanocelulosa sin funcionalizar presentó una capacidad limitada para reducir la tensión interfacial, alcanzando un valor mínimo de 20,4 mN/m a 300 ppm, equivalente a una reducción del 36,13% respecto al sistema blanco. En contraste, los surfactantes iónicos mostraron una mayor

eficiencia, obteniéndose reducciones del 82,2% para el SDS a 700 ppm (5,7 mN/m) y del 99,3% para el CTAB a 300 ppm (0,22 mN/m), ambas con respecto al blanco. Estos resultados permitieron establecer el siguiente orden de desempeño:

$$\text{CTAB} > \text{SDS} > \text{nanocelulosa}.$$

A partir del análisis de concentración se identificaron como óptimas 300 ppm para la nanocelulosa, 700 ppm para el SDS y 300 ppm para el CTAB. Aunque para el SDS se observaron reducciones adicionales de la tensión interfacial a concentraciones superiores, estas no representaron mejoras sustanciales frente al aumento en la concentración requerida, por lo que 700 ppm se consideró la condición más favorable desde una perspectiva de eficiencia técnica y potencial aplicación a escala de campo. Asimismo, incrementos de concentración por encima de los valores óptimos no generaron mejoras proporcionales, lo que refuerza esta decisión.

La combinación de las técnicas de gota colgante y gota giratoria fue fundamental para la caracterización completa de la tensión interfacial de los sistemas evaluados. La técnica de gota colgante permitió medir el sistema blanco crudo-agua y las formulaciones de menor actividad interfacial, mientras que la gota giratoria fue indispensable para la evaluación de sistemas capaces de alcanzar tensiones interfaciales muy bajas. En particular, no fue posible realizar mediciones mediante gota colgante para SDS a 1000 ppm ni para CTAB desde 100 ppm, por lo que fue necesario recurrir a la gota giratoria. Gracias a esta técnica se determinaron valores mínimos de tensión interfacial de 3,73 mN/m para el SDS con gota colgante y de 0,22 mN/m para el CTAB a partir del equipo de gota giratoria, resultados que no habrían podido obtenerse utilizando únicamente un solo método. Esto demuestra que ambos equipos son complementarios, ya que

permiten abarcar un rango más amplio de tensiones interfaciales y obtener una caracterización más robusta del comportamiento de surfactantes y sistemas híbridos.

Por parte de los resultados obtenidos a partir de la funcionalización de la nanocelulosa con SDS, se identificó que el sistema permitió reducir significativamente la tensión interfacial, alcanzando un valor de estabilización cercano a 1.54 mN/m, inferior al registrado para el SDS puro a 700 ppm (5.7 mN/m). Estos resultados evidencian que la incorporación del surfactante modificó efectivamente las propiedades interfaciales de la nanocelulosa y mejoró su desempeño en comparación con el surfactante evaluado individualmente. De acuerdo con la literatura expuesta en el análisis de resultados, este comportamiento podría estar asociado a interacciones entre el SDS y la superficie de la nanocelulosa, las cuales alteran la distribución del surfactante dentro del sistema.

La funcionalización de la nanocelulosa con CTAB permitió obtener tensiones interfaciales bajas y estables, alcanzando valores cercanos a 0,66 mN/m. Aunque este resultado es superior al obtenido con el CTAB en estado puro (0,22 mN/m), la diferencia no es lo suficientemente amplia como para descartar su aplicación práctica. Los resultados sugieren que las interacciones entre la nanocelulosa y el surfactante modifican la distribución y organización del CTAB en la interfase, especialmente con el aumento de la temperatura, dando lugar a procesos de reorganización molecular y estabilización del sistema. En términos de aplicación, la formulación funcionalizada representa una alternativa viable, ya que permite mantener una reducción significativa de la tensión interfacial empleando un sistema híbrido, lo que podría disminuir la necesidad de utilizar grandes

volúmenes de surfactante libre y contribuir a una implementación más favorable a escala de campo.

La funcionalización de la nanocelulosa modificó de manera diferente el desempeño de los surfactantes evaluados. En el caso del SDS, la incorporación de nanocelulosa mejoró la reducción de la tensión interfacial, pasando de 5,7 mN/m para el surfactante puro a 1,54 mN/m para el sistema funcionalizado, lo que corresponde a reducciones del 82,2% y 95,2%, respectivamente, con respecto al sistema blanco. Por su parte, el CTAB en estado puro presentó el mejor desempeño interfacial de todas las formulaciones evaluadas, alcanzando una tensión interfacial de 0,22 mN/m, equivalente a una reducción del 99,3%. Tras la funcionalización con nanocelulosa, este valor aumentó a 0,66 mN/m, manteniendo una reducción del 97,9% respecto al blanco. Aunque la funcionalización con CTAB implicó una ligera pérdida de eficiencia interfacial, la diferencia obtenida frente al surfactante puro fue relativamente baja, conservando valores de tensión interfacial suficientemente reducidos para considerar a la formulación híbrida como una alternativa de interés. No obstante, la selección de una formulación para aplicaciones EOR no debe basarse exclusivamente en la reducción de la tensión interfacial deben evaluarse diversos aspectos técnicos y económicos antes de establecer su aplicabilidad.

La evaluación de la concentración evidenció comportamientos diferenciados entre los surfactantes estudiados. Para el SDS, la tensión interfacial disminuyó progresivamente de 15,10 a 3,73 mN/m en el intervalo de 100 a 900 ppm; sin embargo, no fue posible identificar experimentalmente su concentración micelar crítica debido a la ausencia de una región de estabilización. Al contrastar estos resultados con los valores reportados en la literatura y discutidos

en el análisis de resultados, se observa que las concentraciones evaluadas fueron inferiores al rango donde normalmente se reporta la CMC del SDS, lo que explica la tendencia descendente observada en toda la curva. Por el contrario, el CTAB presentó una disminución abrupta de la tensión interfacial en 200 - 300 ppm, seguida de una estabilización relativa a concentraciones superiores, permitiendo identificar su concentración micelar crítica dentro del intervalo estudiado. Este comportamiento fue consistente con los valores de CMC reportados en la literatura, los cuales se encuentran próximos al rango en el que se observó la transición experimental.

La caracterización fisicoquímica de los materiales permitió confirmar la formación y estabilidad de los sistemas funcionalizados con surfactantes mediante resultados complementarios obtenidos por potencial zeta, DLS y FTIR. El análisis de potencial zeta evidenció que tanto el sistema CNC–SDS como el CNC–CTAB presentaron valores de carga superficial superiores a ± 30 mV, indicando una adecuada estabilidad coloidal y una baja tendencia a la agregación de partículas. Estos resultados fueron consistentes con el análisis de DLS, donde el sistema funcionalizado con CTAB mostró una distribución monomodal estrecha y homogénea, sin evidencia de poblaciones secundarias o aglomerados de gran tamaño, lo que confirma una dispersión uniforme y una funcionalización efectiva de la nanocelulosa. Por su parte, el sistema CNC–SDS presentó una distribución bimodal, evidenciando una mayor heterogeneidad y la presencia de algunos agregados. Asimismo, el análisis FTIR confirmó la estructura característica de la nanocelulosa cristalina y, simultáneamente, verificó la incorporación del CTAB mediante la identificación de las bandas correspondientes a sus cadenas hidrocarbonadas y al grupo amonio cuaternario, las cuales coexistieron con las bandas características de la celulosa sin evidenciar alteraciones en su estructura química fundamental. En conjunto, la concordancia entre las técnicas

de potencial zeta, DLS y FTIR demuestra que la funcionalización de la nanocelulosa se llevó a cabo de manera satisfactoria, obteniéndose un sistema estable, homogéneo y con evidencias claras de la interacción entre ambos componentes, proporcionando una base sólida para interpretar el comportamiento interfacial y reológico observado en las formulaciones evaluadas

La interpretación reológica basada en la literatura evidenció que la funcionalización de la nanocelulosa con CTAB modifica significativamente la respuesta del sistema frente a la velocidad de corte. Mientras la suspensión de nanocelulosa sin funcionalizar presentó un comportamiento pseudoplástico asociado a la reorganización de su estructura coloidal bajo cizalla, la incorporación progresiva de CTAB incrementó notablemente la viscosidad, especialmente a bajas velocidades de corte, como consecuencia del fortalecimiento de la red estructural formada entre los nanocristales de celulosa. En contraste, el CTAB en estado puro presenta un comportamiento prácticamente Newtoniano, caracterizado por una viscosidad casi constante y una variación mínima con la velocidad de deformación. Esto permite concluir que el comportamiento reológico observado no corresponde a una propiedad inherente del surfactante, sino que surge de la interacción entre el CTAB y la nanocelulosa.

Referencias Bibliográficas

- Aadland, R. C., Dziuba, C. J., Heggset, E. B., Syverud, K., Torsæter, O., Holt, T., & Bryant, S. L. (2018). Identification of nanocellulose retention characteristics in porous media. *Nanomaterials*, 8(7), 547.
- Agencia Nacional de Hidrocarburos. (s. f.). *Revista EOR (Enhanced Oil Recovery): Primera edición*. https://www.anh.gov.co/documents/25321/Revista_EOR_1ra_ed.pdf
- Agista, M. N., Guo, K., & Yu, Z. (2018). A state-of-the-art review of nanoparticles application in petroleum with a focus on enhanced oil recovery. *Applied Sciences*, 8(6), 871. <https://doi.org/10.3390/app8060871>
- Aguirre, A. N. (2013). *Estudio de las interacciones polímero-surfactante para la recuperación de crudo extrapesado en yacimiento de la Faja Petrolífera del Orinoco* [Tesis de grado, Universidad Central de Venezuela].
- An, X., Long, Y., & Ni, Y. (2017). Cellulose nanocrystal/hexadecyltrimethylammonium bromide/silver nanoparticle composite as a catalyst for reduction of 4-nitrophenol. *Carbohydrate Polymers*, 156, 253–258.
- Bellani, C. F., Pollet, E., Hebraud, A., Pereira, F. V., Schlatter, G., Avérous, L., & Branciforti, M. C. (2016). Morphological, thermal, and mechanical properties of poly(ϵ -caprolactone)/poly(ϵ -caprolactone)-grafted-cellulose nanocrystals mats produced by electrospinning. *Journal of Applied Polymer Science*, 133(21).
- Buckley, J. S., & Fan, T. (2007). Crude oil/brine interfacial tensions. *Petrophysics*, 48(3).

- Campbell, R. A., Parker, S. R., Day, J. P., & Bain, C. D. (2004). External reflection FTIR spectroscopy of the cationic surfactant hexadecyltrimethylammonium bromide (CTAB) on an overflowing cylinder. *Langmuir*, 20(20), 8740–8753.
- Combariza, M. Y., Martínez-Ramírez, A. P., & Blanco-Tirado, C. (2021). Perspectives in nanocellulose for crude oil recovery: A minireview. *Energy & Fuels*, 35(19), 15381–15397.
- Druetta, P., & Picchioni, F. (2020). Surfactant-polymer interactions in a combined enhanced oil recovery flooding. *Energies*, 13(24), 6520.
- Du, H., Liu, W., Zhang, M., Si, C., Zhang, X., & Li, B. (2019). Cellulose nanocrystals and cellulose nanofibrils based hydrogels for biomedical applications. *Carbohydrate Polymers*, 209, 130–144. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.01.020>
- Gahrooe, T. R., Moud, A. A., Danesh, M., & Hatzikiriakos, S. G. (2021). Rheological characterization of CNC-CTAB network below and above critical micelle concentration (CMC). *Carbohydrate Polymers*, 257, 117552.
- Gaikar, V. G., Padalkar, K. V., & Aswal, V. K. (2008). Characterization of mixed micelles of structural isomers of sodium butyl benzene sulfonate and sodium dodecyl sulfate by SANS, FTIR spectroscopy and NMR spectroscopy. *Journal of Molecular Liquids*, 138(1–3), 155–167.

- Helgeson, M. E., Hodgdon, T. K., Kaler, E. W., Wagner, N. J., Vethamuthu, M., & Ananthapadmanabhan, K. P. (2010). Formation and rheology of viscoelastic “double networks” in wormlike micelle–nanoparticle mixtures. *Langmuir*, 26(11), 8049–8060.
- Huh, C., Daigle, H., Priggiobbe, V., & Prodanović, M. (2019). Nanotechnology and the environment. In *Practical nanotechnology for petroleum engineers* (pp. 117–126). CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9781351210362-6>
- Kamal, M. S., Hussein, I. A., & Sultan, A. S. (2017). Review on surfactant flooding: Phase behavior, retention, IFT, and field applications. *Energy & Fuels*, 31(8), 7701–7720.
- Khatun, M. A., Sultana, S., Islam, Z., Kabir, M. S., Hossain, M. S., Nur, H. P., & Chowdhury, A. S. (2023). Extraction of crystalline nanocellulose (CNC) from date palm mat fibers and its application in the production of nanocomposites with polyvinyl alcohol and polyvinylpyrrolidone blended films. *Results in Engineering*, 17, 101031.
- Li, L., & Liu, Z. (2024). Effect of temperature on surfactant adsorption at the liquid-liquid interface: Insights from molecular dynamics simulations. *Journal of Molecular Liquids*, 409, 125335.
- Ospina Gómez, N. A. (2015). *Evaluación de la aplicación de nanofluidos para mejoramiento in-situ del crudo pesado*.
- Otálvaro Duque, J. G. (2015). *Síntesis y evaluación de un novedoso nanofluido basado en biosurfactante para procesos de recobro mejorado de crudo pesado* [Trabajo de grado, Universidad Nacional de Colombia].

- Perles, C. E., Guersoni, V. C. B., & Bannwart, A. C. (2018). Rheological study of crude oil/water interface—The effect of temperature and brine on interfacial film. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 162, 835–843.
- Phanthong, P., Guan, G., Karnjanakom, S., Hao, X., Wang, Z., Kusakabe, K., & Abudula, A. (2016). Amphiphobic nanocellulose-modified paper: Fabrication and evaluation. *RSC Advances*, 6(16), 13328–13334. <https://doi.org/10.1039/C5RA24986D>
- Rosen, M. J., & Kunjappu, J. T. (2012). *Surfactants and interfacial phenomena* (4th ed.). John Wiley & Sons.
- Smith, B. C. (2011). *Fundamentals of Fourier transform infrared spectroscopy* (2nd ed.). CRC Press.
- Stuart, B. H. (2004). *Infrared spectroscopy: Fundamentals and applications*. John Wiley & Sons.
- Viana, R. B. (2008). *Espectroscopia de infravermelho de cristalitos de surfactantes* [Tesis doctoral, Universidade de São Paulo].
- Wang, N., Zhao, Y., Prodanović, M., Balhoff, M. T., & Huh, C. (2022). 12012 fundamental mechanisms behind nanotechnology applications in oil and gas: Emerging nano-EOR processes. *Frontiers in Nanotechnology*, 4, 887715. <https://doi.org/10.3389/fnano.2022.887715>
- Woolfrey, S. G., Banzon, G. M., & Groves, M. J. (1986). The effect of sodium chloride on the dynamic surface tension of sodium dodecyl sulfate solutions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 112(2), 583–587.

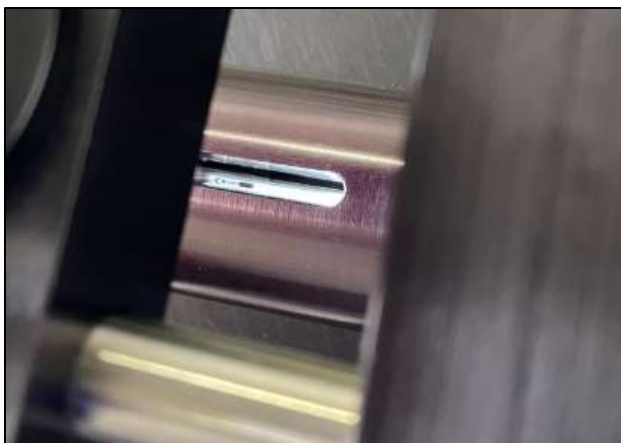
Ye, Z., Zhang, F., Han, L., Luo, P., Yang, J., & Chen, H. (2008). The effect of temperature on the interfacial tension between crude oil and gemini surfactant solution. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 322(1–3), 138–141.

Apéndices

Apéndice 1. Fotografía experimental

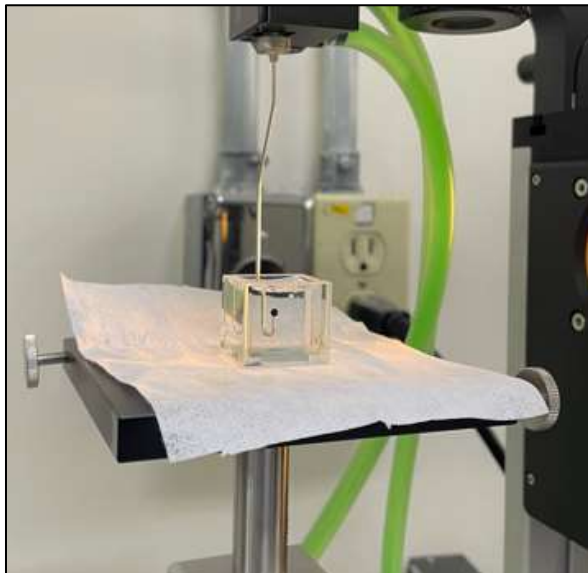
Apéndice A.

Muestra instalada y operando en el equipo de gota giratoria.

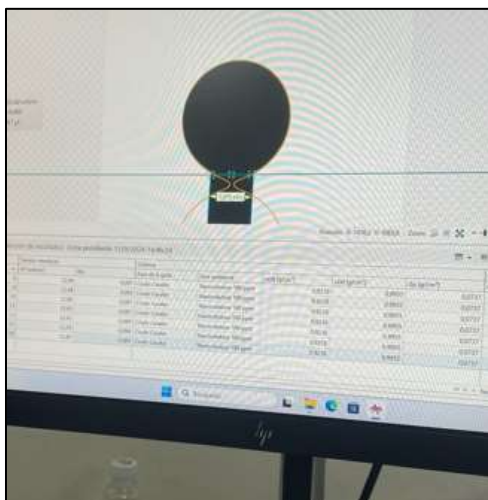


Apéndice B.

Muestra instalada y operando en el equipo de gota colgante.



Medición de la muestra mediante sistema de gota colgante.



Solución en ultrasonido.



Apéndice 2. Materias primas y materiales utilizados

Apéndice E.

Cristales de nanocelulosa (CNC).



Apéndice F.

Bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB).



Apéndice 3. Preparación y almacenamiento de las soluciones madre y dispersiones**Apéndice G.**

Solución madre de CNC a 3000 ppm preparada.

**Apéndice H.**

Solución madre de CTAB a 3000 ppm preparada.



Apéndice I.

Solución madre de SDS a 3000 ppm preparada.

**Apéndice J.**

Dispersiones de nanocelulosa cristalina (CNC) preparadas a diferentes concentraciones para medir tensión interfacial.



Apéndice 4. Datos experimentales de densidad medida de nanocelulosa, SDS y CTAB.**Apéndice K.***Cálculo de densidad para la Nanocelulosa.*

Peso inicial vacío (g)	Peso final (g)	$P_f - P_{vi}$ (g)	Densidad (g/mL)
14,6172	19,7344	5,1172	0,995564202
14,6172	19,7349	5,1177	0,995661479
14,6172	19,7367	5,1195	0,996011673
14,6172	19,7386	5,1214	0,996381323
14,6172	19,7380	5,1208	0,996264591
14,6172	19,7372	5,1200	0,996108949
14,6172	19,7398	5,1226	0,996614786
14,6172	19,7393	5,1221	0,99651751
14,6172	19,7370	5,1198	0,996070039
14,6172	19,7372	5,1200	0,996108949

Apéndice L.*Cálculo de densidad para el surfactante SDS.*

Peso inicial vacío (g)	Peso final (g)	$P_f - P_{vi}$ (g)	Densidad (g/mL)
14,6198	19,7484	5,1286	0,997782101
14,6188	19,7484	5,1296	0,997976654
14,6186	19,7382	5,1196	0,996031128
14,6187	19,7391	5,1204	0,99618677
14,6194	19,7426	5,1232	0,996731518
14,6190	19,7354	5,1164	0,99540856
14,6188	19,7368	5,1180	0,995719844
14,6193	19,7379	5,1186	0,995836576
14,6219	19,7373	5,1154	0,995214008
14,6183	19,7373	5,1190	0,995914397

Apéndice M.

Cálculo de densidad para el surfactante CTAB.

Peso inicial vacío (g)	Peso final (g)	$P_f - P_{vi}$ (g)	Densidad (g/mL)
14,6197	19,6960	5,0763	0,987607004
14,6199	19,7305	5,1106	0,994280156
14,6179	19,7365	5,1186	0,995836576
14,6180	19,7379	5,1199	0,996089494
14,6177	19,7428	5,1251	0,997101167
14,6186	19,7375	5,1189	0,995894942
14,6184	19,7336	5,1152	0,995175097
14,6185	19,7364	5,1179	0,995700389
14,6198	19,7368	5,1170	0,995525292
14,6193	19,7401	5,1208	0,996264591

Apéndice 5. Diseño experimental y niveles de concentración evaluados para los sistemas estudiados

Apéndice N.

Número de concentraciones evaluadas para cada sistema experimental.

Sistema evaluado	Número de concentraciones
Nanocelulosa	10
SDS	10
CTAB	10
Total de tratamientos	30

Apéndice O.

Factores y niveles de concentración evaluados durante el diseño experimental.

Factor	Símbolo	Niveles evaluados
Concentración de nanocelulosa (ppm)	CNC	100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900 y 1000
Concentración de SDS (ppm)	SDS	100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900 y 1000
Concentración de CTAB (ppm)	CTAB	100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900 y 1000

Apéndice 6. Resumen de tratamientos experimentales y condiciones seleccionadas para la funcionalización de la nanocelulosa.

Apéndice P.

Selección de concentraciones óptimas de los sistemas evaluados.

Sustancia	Concentración óptima seleccionada (ppm)	Tensión interfacial obtenida (mN/m)
Nanocelulosa	300	12,17
SDS	700	5,70
CTAB	300	0,255

Apéndice Q.

Composición de los sistemas funcionalizados evaluados (CNC-SDS y CNC-CTAB).

Funcionalización	Nanocelulosa (ppm)	Surfactante	Concentración de surfactante (ppm)
F-1	300	SDS	700
F-2	300	CTAB	300

Apéndice R.

Distribución de las etapas y tratamientos del diseño experimental.

Etapas	Especificaciones	Número de tratamientos
Evaluación de nanocelulosa	Determinar efecto de concentración sobre la IFT	10
Evaluación de SDS	Determinar efecto de concentración sobre la IFT y estimar CMC	10
Evaluación de CTAB	Determinar efecto de concentración sobre la IFT y estimar CMC	10
Sistemas funcionalizados CNC-SDS	Evaluar efecto de funcionalización	1
Sistemas funcionalizados CNC-CTAB	Evaluar efecto de funcionalización	1
Total experimental		32 tratamientos

Apéndice S.

Técnicas de caracterización aplicadas a cada ensayo.

Ensayo	Densidad	IFT	DLS	Potencial Z	FTIR
Nanocelulosa	X	X	-	-	-
SDS	X	X	-	-	-
CTAB	X	X	-	-	-
CNC + SDS	X	X	X	X	X
CNC + CTAB	X	X	X	X	X